

UNIVERSITE DE NANCY I

T H E S E

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA VAPORISATION DU
LIQUIDE AU COURS DU REFROIDISSEMENT PAR TREMPE

présentée devant l'Université de Nancy I
pour obtenir le grade de Docteur ès-Sciences Physiques

par

François MOREAUX

Licencié ès-Sciences Physiques

Docteur de Spécialité

Attaché de Recherche au C.N.R.S.

Soutenue le 18 Décembre 1973 devant la Commission d'Examen

JURY

M. le Professeur R. FAIVRE	Président
M. le Doyen J. AUBRY	} Examineurs
M. le Professeur M. MARTIN	
M. G. BECK	} Invités
M. le Professeur C. GOUX	
M. le Professeur J. MARTINET	
M. R. SEMERIA	

1973

N° d'enregistrement du Centre de Documentation du C.N.R.S. A.O. 9365

Digitized by the Internet Archive
in 2026

UNIVERSITE DE NANCY I

T H E S E

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA VAPORISATION DU
LIQUIDE AU COURS DU REFROIDISSEMENT PAR TREMPÉ

présentée devant l'Université de Nancy I
pour obtenir le grade de Docteur ès-Sciences Physiques

par

François MOREAUX

Licencié ès-Sciences Physiques

Docteur de Spécialité

Attaché de Recherche au C.N.R.S.

Soutenue le 18 Décembre 1973 devant la Commission d'Examen

JURY

M. le Professeur R. FAIVRE	Président
M. le Doyen J. AUBRY	} Examineurs
M. le Professeur M. MARTIN	
M. G. BECK	} Invités
M. le Professeur C. GOUX	
M. le Professeur J. MARTINET	
M. R. SEMERIA	

1973

N° d'enregistrement du Centre de Documentation du C.N.R.S. A.O. 9365

A MON MAITRE

Monsieur le Professeur René FAIVRE
Directeur du Laboratoire de Métallurgie

Hommage respectueux

A Monsieur Gérard BECK

Docteur ès-Sciences Physiques
Maître de Recherche au C.N.R.S.

Hommage reconnaissant

A MES PARENTS

A MA FEMME

A LA MEMOIRE DE MA SOEUR

Ce travail a été effectué au LABORATOIRE DE METALLURGIE DE L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE LA METALLURGIE ET DE L'INDUSTRIE DES MINES DE NANCY, associé au C.N.R.S. n° 159, dirigé par le Professeur René FAIVRE.

Nous prions Monsieur le Professeur René FAIVRE de bien vouloir accepter l'expression de notre profonde reconnaissance pour les conseils et les encouragements qu'il nous a prodigués au cours de notre travail et pour l'aide qu'il nous a apportée lors de la mise au point de notre mémoire de thèse.

Nous adressons nos plus vifs remerciements à Monsieur le Doyen Jacques AUBRY qui a bien voulu nous faire l'honneur d'examiner notre travail et de participer à notre Jury.

Nous tenons à remercier Monsieur le Professeur Claude GOUX, notre parrain au C.N.R.S., pour l'intérêt qu'il a toujours porté à nos travaux.

Nous sommes très reconnaissant envers Monsieur Maurice MARTIN, Maître de Conférence à l'Ecole des Mines de Nancy, d'avoir su nous faire profiter de sa compétence en mécanique des fluides.

Nous exprimons toute notre gratitude à Monsieur Gérard BECK, Maître de Recherche au C.N.R.S., qui a bien voulu diriger notre travail. Ses connaissances, sa patience et ses encouragements nous ont beaucoup aidé pour mener à bien notre étude.

Nous n'aurons garde d'oublier dans nos remerciements Monsieur Roger SEMERIA, Chef du Département Transferts Thermiques du Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble, et Monsieur le Professeur Jean MARTINET, de l'E.N.S.M.A. de Poitiers, pour leur participation à la constitution de notre Jury.

Nous remercions également tous nos camarades chercheurs et techniciens du Laboratoire et plus particulièrement Bernard COLLERET, dont l'aide nous a été précieuse lors de la réalisation des films, et Guy DIDIER pour l'exécution des dessins de notre mémoire. Nous n'oublierons pas de remercier Annette MOREAUX pour sa contribution à la mise en forme de notre mémoire.

INTRODUCTION

Bien que la vaporisation des liquides soit un phénomène très facilement observable, son étude reste très incomplète malgré la masse importante de travaux qui lui ont été consacrés. Il faut voir là l'effet des problèmes très délicats que pose la mesure précise et rapide des températures et la difficulté d'observer et de mesurer in situ les phénomènes relatifs à la formation des bulles de vapeur.

NUKIYAMA (13), le premier, a défini clairement, à l'aide d'une courbe caractéristique, l'ensemble des processus de vaporisation de l'eau pure et de quelques liquides organiques. Il a montré l'importance du phénomène de caléfaction qui bloque le flux de chaleur et provoque la destruction de l'élément chauffant.

Cette étude présente, notamment pour des métallurgistes, un très grand intérêt puisque c'est en se vaporisant sur une paroi qu'un liquide permet d'obtenir les densités les plus élevées du flux de chaleur.

Jusqu'ici, la plupart des auteurs ont poursuivi leurs travaux dans le cas du transfert de chaleur en régime permanent où l'exploitation des résultats expérimentaux est immédiate.

Cependant, on ne peut, dans ces conditions, étudier aisément la caléfaction, la transition et les interactions entre les modes de vaporisation.

Enfin, le traitement de trempe des alliages métalliques fait appel à un transfert de chaleur en régime transitoire. C'est donc l'étude du transfert de chaleur diphasique en mode transitoire que nous avons entreprise à la suite des travaux de R. BIGOT (1), puis de G. BECK (2). Ce dernier avait mis en évidence l'influence des propriétés physiques de la surface sur le processus de vaporisation en modifiant l'effusivité pariétale de l'éprouvette de trempe.

En collaboration avec J. C. CHEVRIER (11), nous avons observé qu'on peut également déstabiliser la caléfaction à l'aide d'une résistance thermique additionnelle sur la surface d'échange entre l'éprouvette et le liquide. Le mode particulier et complexe de vaporisation observé dans ce cas, que nous qualifions d'ébullition larvée, n'avait pas jusqu'ici été étudié sur le plan de la description et de l'interprétation du phénomène.

CHEVRIER (11) a étudié les conséquences des différents modes de vaporisation sur les champs thermiques au sein du métal. Il en a déduit l'évolution des contraintes mécaniques du premier ordre. Il a montré également, l'importance de l'anisothermie superficielle de l'éprouvette au cours du refroidissement. C'est elle qui différencie essentiellement le régime permanent du régime transitoire que constitue la trempe.

Dans le présent travail, nous nous intéressons donc à l'étude de tous les modes de vaporisation du liquide pris à sa température de saturation dans le cas de la trempe, donc en tenant compte de l'anisothermie superficielle.

Nous étudions d'abord la prise de contact entre l'éprouvette et le liquide, puis la caléfaction qui est le mode de vaporisation le plus stable. Nous traitons ensuite des modes de vaporisation qui entraînent un mouillage partiel de la surface d'échange et enfin de l'influence, sur la caléfaction, du voisinage d'un mode de vaporisation différent.

La poursuite de ces recherches est devenue possible grâce à la maîtrise des techniques d'enregistrement des températures en régime de trempe et de l'existence de méthodes d'observation des phénomènes macroscopiques transitoires, comme la cinématographie ultrarapide.

A côté de la meilleure connaissance des mécanismes de vaporisation, cette étude permet d'envisager d'améliorer les résultats métallurgiques que donne le traitement de trempe délicat, mais souvent indispensable.

PRINCIPALES NOTATIONS

$a = \frac{\lambda}{c\rho}$	diffusivité thermique
c	chaleur massique
C_{pv}	chaleur spécifique de la vapeur saturée
D	diamètre d'une éprouvette
δ	épaisseur d'une couche limite
e	épaisseur d'un dépôt
$E = \sqrt{\lambda c\rho}$	effusivité thermique
ε	facteur total d'émission
Φ	flux de chaleur
g	accélération de la pesanteur
h	coefficient de transfert de la chaleur
h_{LV}	chaleur latente de vaporisation
H	hauteur d'une éprouvette
l	longueur d'onde
L_i	température pariétale, limite inférieure du domaine transitoire de vaporisation d'un liquide
L_s	température pariétale, limite supérieure du domaine transitoire de vaporisation d'un liquide
λ	conductivité thermique
μ	viscosité dynamique

m	masse d'une éprouvette
$\nu = \frac{\mu}{\rho}$	viscosité cinématique
$Pr = \frac{c \mu}{\lambda}$	nombre de Prandtl
q	quantité de chaleur
R	rayon d'une éprouvette
$Re = \frac{\rho V H}{\mu}$	nombre de Reynolds
ρ	masse volumique
S	surface d'une éprouvette
σ	tension superficielle
t	temps
T_i	température initiale de trempe θ_o qui donne, lors du contact avec le liquide $\theta_{ci} = L_i$
T_s	température initiale de trempe θ_o qui donne, lors du contact avec le liquide $\theta_{ci} = L_s$
θ_c	température au centre d'une éprouvette
θ_{ci}	température pariétale de contact initial
θ_L	température du liquide
θ_o	température initiale de trempe
θ_s	température de la surface
θ^*	température réduite
$\Delta \theta$	écart de température
V	vitesse

CHAPITRE I

METHODES EXPERIMENTALES

Les phénomènes de vaporisation qui résultent de la trempe d'une éprouvette chaude dans un liquide sont souvent extrêmement fugaces. Leur étude exige donc la mise en œuvre de techniques expérimentales particulières grâce auxquelles ces phénomènes peuvent être observés sans perturbation et leurs caractéristiques physiques mesurées avec précision.

En particulier, pour atteindre les paramètres qui caractérisent les modes de vaporisation d'un liquide à la surface d'une paroi métallique, nous avons été amené à faire de nombreux enregistrements de variations de température. Lorsque la température varie très rapidement dans un large domaine, il est impossible de suivre ses variations avec des capteurs classiques. Il a donc fallu trouver d'autres moyens pour rendre compte des phénomènes : d'une part, la méthode de détermination de l'établissement d'un contact électrique, qui permet d'enregistrer le mouillage bref de la paroi par le liquide pendant certains modes de vaporisation, d'autre part la cinématographie ultrarapide grâce à laquelle les phénomènes sont visualisés. Par examen des films au ralenti, il est possible de mieux comprendre les processus et également de mesurer directement sur le film des paramètres tels que, par exemple, l'épaisseur de la couche de vapeur, ou la vitesse de translation des instabilités hydrodynamiques.

I.1 - DISPOSITIF DE TREMPE

Lorsque l'éprouvette de trempe est à la température désirée, il est nécessaire de la faire passer rapidement du four dans le liquide de trempe choisi. Nous avons le choix entre deux techniques mises au point par BIGOT (1) : soit le système dans lequel le four se déplace verticalement de bas en haut, soit celui dans lequel c'est l'éprouvette de trempe qui se déplace de haut en bas.

Dans le premier cas, c'est l'ensemble four - bac de trempe qui se déplace. L'éprouvette restant immobile, elle ne subit aucune vibration et il est facile de l'immerger à profondeur constante dans le liquide. Le four remonte à vitesse constante. On peut donc réaliser des trempes dans des conditions reproductibles.

Dans le second cas, on peut craindre un plus grand défaut de reproductibilité des expériences parce que l'éprouvette n'est pas à l'abri des vibrations. L'éprouvette est équilibrée par des contrepoids et il est nécessaire de régler les masses de ceux ci chaque fois qu'on change d'éprouvette.

En fait, nous avons utilisé les deux systèmes de trempe : le premier chaque fois qu'il s'agissait d'enregistrer la loi de refroidissement de l'éprouvette, le second lorsque nous avons filmé les régimes de vaporisation sur sa surface. Dans ce dernier cas, le système a été modifié par l'adjonction d'un moteur qui permet de donner une vitesse de déplacement constante à l'éprouvette et d'empêcher ses vibrations lorsqu'elle arrive en fin de

course. Ainsi les expériences sont reproductibles.

Les bacs de trempe sont de taille suffisante, d'une part, pour empêcher tout effet de bords susceptible de modifier le mode de vaporisation du liquide au cours du refroidissement de l'éprouvette de trempe et, d'autre part, éviter un échauffement du liquide provoqué par la chaleur sensible de l'éprouvette.

En pratique, ces bacs sont soit des béciers de 400 ml au minimum, soit des cuves à faces parallèles pour les enregistrements photographiques.

1.2 - EPROUVETTES DE TREMPÉ

1.2.1 - Nature du métal

Au cours de notre étude, nous avons utilisé des éprouvettes en nickel et en argent. Ces deux métaux présentent l'avantage de ne subir aucune transformation allotropique dans le domaine de température parcouru. Par conséquent, aucun dégagement de chaleur décelable ne vient perturber la loi de refroidissement de l'éprouvette.

Le choix de ces deux métaux est conditionné également par le fait qu'il est nécessaire d'avoir des propriétés de surface reproductibles. Bien que non stœchiométrique l'oxyde de nickel NiO est stable et ses propriétés physiques sont bien connues. Dans le domaine des températures étudiées, l'argent ne peut s'oxyder. Il possède des propriétés thermiques λ et c_p différentes de celles

du nickel, ce qui est utile lorsque l'on veut faire varier ce facteur d'une expérience à l'autre.

I.2.2 - Forme des éprouvettes

Nous avons utilisé des éprouvettes de différentes formes : cylindres, cylindres à fond hémisphérique, sphères. La plupart des expériences sont faites avec des éprouvettes cylindriques dont la hauteur est égale à trois fois le diamètre ($H = 3 D$), ce qui permet de considérer, en première approximation, l'éprouvette comme un cylindre de hauteur infinie, pour les soudures du couple situées dans le plan équatorial (2).

L'inconvénient des éprouvettes de forme cylindrique réside dans le fait qu'au cours de la trempe, tous les points de la surface ne se comportent pas de la même façon : le bas du cylindre se refroidit plus vite que le haut. Il s'ensuit une anisothermie pariétale non négligeable (3). De plus, pour les écoulements par convection, le bas du cylindre est une zone où les instabilités prennent naissance. On peut limiter cet effet en prenant des cylindres dont le fond plat est remplacé par une calotte sphérique.

Nous avons été amené, pour ces différentes raisons, à utiliser une éprouvette de forme particulière (4) qui présente une isothermie pariétale presque constante au cours du refroidissement. Elle est constituée par un tronc de cône dont les faces planes sont remplacées par des hémisphères.

Dans la suite de notre mémoire, nous préciserons les

raisons du choix de la forme de l'éprouvette en fonction des conditions de l'expérience que nous voulons réaliser.

1.2.3 - Fixation de l'éprouvette

L'éprouvette est fixée au support par de petits tubes en nickel vissés à sa partie supérieure : ces tubes servent à la fois de support et de passage étanche pour les fils du couple thermo-électrique. Ils doivent être aussi fins que possible pour que leur capacité calorifique soit négligeable devant celle de l'éprouvette (2).

1.3 - NATURE ET REALISATION DE DEPOTS SUR

LES EPROUVETTES

Au cours de notre étude nous avons réalisé de nombreux dépôts sur des éprouvettes. On sait que cette technique permet de modifier le mode de vaporisation du liquide. On peut distinguer deux catégories de dépôts qui interviennent soit par leur effusivité soit par leur résistance thermique (5). Les premiers doivent être très minces, les seconds doivent présenter une épaisseur bien contrôlée.

Nous indiquons brièvement les principales techniques utilisées.

1.3.1 - Silicate de sodium

Nous appliquons la technique préconisée par BECK (2). La solution de silicate pur, de densité 1,33, est diluée deux fois.

L'éprouvette, fixée au bout d'une tige, est préalablement chauffée afin d'accroître la mouillabilité de sa surface par la solution. Après immersion, elle est séchée d'abord à la température ambiante puis pendant 48 heures dans une étuve à 100° C.

I.3.2 - Argent

L'argent est déposé par voie électrolytique sur des éprouvettes de nickel. Le film d'argent a une épaisseur de 10 μ m. Il est nécessaire de déposer au préalable sur le nickel une mince couche de cuivre pour assurer une meilleure adhérence de l'argent.

I.3.3 - Zircone

La réalisation du dépôt de zircone se fait par projection de poudre à l'aide d'un chalumeau oxyacétylénique. Il faut éviter l'échauffement du métal support du dépôt, ce qui est difficile dans le cas de pièces de petites dimensions. On sait que l'adhérence du dépôt se trouve très affaiblie si on ne refroidit pas le support, à cause de la différence de coefficient de dilatation entre les deux matériaux.

Pour faciliter l'accrochage de la couche de zircone, l'éprouvette est préalablement sablée afin d'augmenter la rugosité de sa surface.

Par cette technique, on réalise des dépôts dont l'épaisseur varie de 25 à 1 000 μ m.

MUNSCH (6) a montré que l'adhérence du dépôt se fait par simple collage sans diffusion des grains fondus sur le métal support. Dans le cas de la zircone, il n'y a pas de diffusion d'oxygène ou de zirconium dans la masse du métal, même à une distance de l'ordre de quelques microns de l'interface.

I.3.4 - Dépôts à base d'anhydrite (7)

Il s'agit d'une technique de poteyage dont le mode d'application est très simple : on étend le mélange sur la surface de l'éprouvette à l'aide d'un pinceau. On peut porter immédiatement l'éprouvette dans un four où le dépôt sèche rapidement.

Cette technique très simple d'emploi présente cependant l'inconvénient de conduire à des résultats peu reproductibles. En effet, il est difficile de réaliser des dépôts d'épaisseur et de composition constantes d'une expérience à l'autre.

L'épaisseur moyenne du dépôt est de 500 μm mais il n'est pas nécessaire qu'elle soit parfaitement uniforme pour obtenir des résultats satisfaisants.

Nous avons utilisé cette technique chaque fois que cela était possible car elle est d'une grande facilité d'emploi. Il faut toutefois signaler que ce dépôt étant en fait un mélange de plusieurs substances, nous ne connaissons pas les valeurs de son effusivité ni de sa diffusivité.

1.4 - LIQUIDES DE TREMPE

1.4.1 - Eau pure

L'utilisation d'une eau quelconque ne donne pas toujours des résultats reproductibles. L'eau de ville, par exemple, est plus ou moins chargée en sels dissous et peut contenir des impuretés. On peut noter des différences notables entre les courbes de refroidissement de la même éprouvette trempée d'une part dans l'eau de ville et d'autre part dans l'eau distillée (6) (8). Pour éviter tout défaut de reproductibilité dans nos expériences, nous avons décidé de n'utiliser que de l'eau distillée.

1.4.2 - Solutions aqueuses

Pour éviter les variations de concentration de la solution d'une trempe à l'autre, chaque bain n'est utilisé que pour une seule expérience. Les trempes étant faites dans des solutions portées à l'ébullition, il est nécessaire de ne pas faire bouillir la solution trop longtemps avant l'expérience. On note en effet, dans nos conditions expérimentales une augmentation de la concentration de 0,13 % par minute d'ébullition pour une solution à 10 % de NaCl.

Nous avons montré (9) qu'au cours de la trempe d'une éprouvette cylindrique en nickel de 16 mm de diamètre et de 48 mm de hauteur, depuis 700° C dans une solution bouillante à 10 % de NaCl, la concentration globale de la solution ne varie que dans des proportions négligeables.

Au cours de notre travail, nous avons utilisé les sels suivants : NaCl, KCl, LiCl et l'hydroxyde NaOH. Toutes ces substances sont thermiquement stables dans nos conditions d'expérience.

I. 5 - MESURE DES TEMPERATURES

Les variations de la température de l'éprouvette au cours de son refroidissement sont mesurées à l'aide de couples thermoélectriques constitués par des fils de chromel et d'alumel de 0,3 mm de diamètre.

I. 5. 1 - Mesure de la température au centre de l'éprouvette

La soudure du couple thermoélectrique est placée au fond d'un puits de 1 mm de diamètre creusé le long de l'axe de l'éprouvette jusqu'au centre de celle-ci. La loi de refroidissement enregistrée ne rend compte des phénomènes qu'avec un amortissement considérable dû à l'effet écran de la masse métallique.

Le signal thermique qui part de la surface de l'éprouvette met un temps d'autant plus long à atteindre une amplitude perceptible au centre, que le chemin thermique entre la surface et le centre est plus grand. Cette méthode est insuffisante pour donner une représentation précise des phénomènes superficiels.

I. 5. 2 - Méthode différentielle de mesure des écarts de température

Le couple différentiel permet de mesurer l'écart de température entre le centre de l'éprouvette et un point aussi voisin que possible de la surface. Les soudures du couple sont placées dans le plan équatorial de l'éprouvette, au fond de deux puits de 1 mm de diamètre.

BECK (10) a montré l'avantage que présente cette méthode de mesure des températures. Elle rend mieux compte du mécanisme de passage de la chaleur à la surface de l'éprouvette, en permettant notamment de déterminer le mode de vaporisation du liquide sur la paroi de l'éprouvette.

Très sensible, cette méthode présente l'inconvénient d'être difficile à mettre en œuvre et nécessite de grands soins ; le moindre déséquilibre du couple provoqué par une force électromotrice parasite due à un mauvais isolement des fils peut introduire une erreur dans la lecture des écarts de température. Il est souvent difficile d'avoir des résultats parfaitement reproductibles malgré toutes les précautions prises. Cela nécessite un grand nombre d'expériences.

Nous avons utilisé la méthode différentielle pour déterminer le mode de vaporisation à l'instant initial de la trempe. La valeur exacte des écarts de température ne présente dans ce cas que peu d'intérêt, ce qui autorise moins de rigueur dans le montage des couples et permet de multiplier le nombre des expériences.

I. 5. 3 - Mesure de la température superficielle de l'éprouvette

Il est très important de connaître l'évolution de la température superficielle de l'éprouvette au cours de son refroidissement, car c'est sur sa surface que se produisent les différents modes de vaporisation du liquide. En mode variable de transfert de la chaleur la température superficielle de l'éprouvette peut varier très rapidement dans un intervalle important, notamment à l'instant initial de la trempe dans un liquide vaporisable.

Le capteur idéal de mesure des variations de la température superficielle doit avoir les propriétés suivantes :

- temps de réponse très bref
- absence de contact direct avec la surface métallique.

En effet, un contact du capteur avec la surface risque de modifier la vaporisation au point de mesure.

Les méthodes classiques de mesure de température, telles l'emploi de couples thermoélectriques, procèdent toujours du même principe : il s'agit de méthodes dans lesquelles le temps de mise en équilibre est toujours grand par rapport à la durée des phénomènes.

Nous avons fait des essais avec des couples thermoélectriques soudés sur la surface d'une éprouvette, en cours de refroidissement par trempe dans un liquide vaporisable. La loi de

refroidissement enregistrée est en fait celle du couple lui-même et non pas celle de la surface de l'éprouvette. En effet, le couple étant soudé à l'extérieur de l'éprouvette, ses fils baignent dans le liquide. Compte tenu de leur faible capacité calorifique, ils atteignent très rapidement sa température. Les pertes par conduction dans les fils ne sont plus négligeables. On enregistre alors des variations de température mal définies qui peuvent conduire à des interprétations fantaisistes.

Une autre solution consiste à faire passer les fils du couple par l'intérieur de l'éprouvette, la soudure du couple débouchant juste à la surface sur laquelle elle est matée. Là encore on n'obtient pas de résultats satisfaisants puisque, dans ce cas, les fils du couple sont plus chauds que la soudure et la température mesurée n'est pas celle de la surface. On voit donc qu'avec des couples thermoélectriques, il est impossible de mesurer avec précision la température de surface de l'éprouvette au cours de sa trempe dans un liquide vaporisable.

Nous avons décrit ici les essais de mesure avec des couples thermoélectriques. Il en serait de même pour tout autre genre de mesure à l'aide de capteurs de température pour lesquels le contact avec la pièce est nécessaire.

La méthode de mesure des températures superficielles la plus satisfaisante est celle qui utilise le rayonnement thermique émis par la surface de la pièce. Dans ce cas, il n'y a pas de contact entre le capteur et la surface, donc pas perturbation des phénomènes. Le temps de réponse des cellules sensibles à l'infrarouge est faible, de l'ordre de la nanoseconde pour certaines.

Dans le cas qui nous intéresse, cette technique est pratiquement inutilisable pour les raisons suivantes : d'une part, il est indispensable d'immerger le détecteur dans le liquide de trempe pour le placer en regard de la surface de l'éprouvette, d'autre part, les trempes s'effectuent dans l'eau qui absorbe une grande partie du rayonnement infrarouge émis par la surface de l'éprouvette.

Nous pensons qu'il serait possible d'utiliser un tel procédé pour étudier le refroidissement d'une éprouvette dans un liquide organique. Le choix de celui-ci doit être fait soigneusement, en fonction de ses bandes d'absorption dans l'infrarouge qui ne doivent pas se trouver dans le domaine des longueurs d'onde du rayonnement thermique émis par la surface. Travaillant généralement à la température de saturation, il est préférable de prendre un liquide dont la température d'ébullition est relativement basse pour que le détecteur ne soit pas porté à une température trop élevée lors de son immersion.

I. 5. 4 - Enregistrement de la loi de refroidissement

La force électromotrice des couples chromel - alumel est proportionnelle à la température de l'éprouvette dans le domaine de température dans lequel nous travaillons : c'est-à-dire entre 200° C et 850° C.

Les variations de tension sont appliquées à l'entrée d'un enregistreur galvanométrique à suiveur de spot du type Y-t.

Cet enregistreur ne permet pas d'enregistrer des lois de refroidissement trop rapides. En effet, la vitesse de déroulement du papier est de 300 mm/mn et la bande passante du galvanomètre ne dépasse pas 0,2 Hz. Dans ces conditions il est préférable de ne pas enregistrer des refroidissements dont la vitesse est supérieure à 60° C/s.

Il est possible d'avoir directement la dérivée de la courbe des variations de la température en fonction du temps, c'est-à-dire la courbe $\frac{d\theta}{dt} = f(t)$, grâce à un dérivateur mis au point au laboratoire par CHEVRIER (11).

1.6 - DETERMINATION DE L'ETABLISSEMENT DU

CONTACT ELECTRIQUE

1.6.1 - But de la méthode

Etant dans l'impossibilité de mesurer les fluctuations rapides de la température superficielle de l'éprouvette, nous avons mis au point une méthode qui puisse rendre compte, ne serait-ce que qualitativement, des variations locales de la température superficielle au cours des différents modes de vaporisation, en étudiant les brefs contacts entre le liquide et la surface métallique pendant les différents modes de vaporisation du liquide au cours du refroidissement de l'éprouvette.

I.6.2 - Description

La méthode est fondée sur l'électrolyse de l'eau, rendue conductrice par un sel quelconque.

La cathode est l'éprouvette de trempe. Une électrode de platine, utilisée comme anode, plonge dans le bac de trempe. L'eau est rendue conductrice par l'addition de 1 % de NaCl. On suit le passage du courant dans le circuit en enregistrant les variations de la différence de potentiel aux bornes d'une résistance de $1\ \Omega$ montée en série dans le circuit électrique. La figure 1 montre le circuit réalisé.

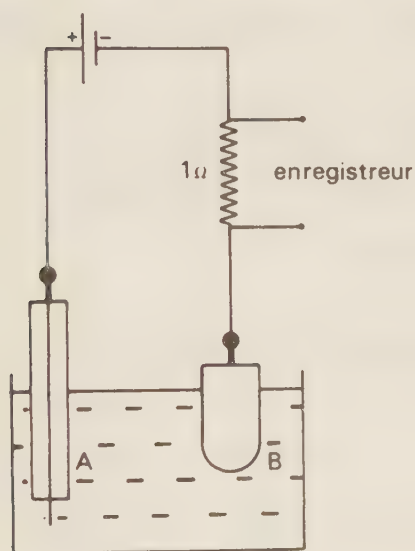


Figure I

Schéma du montage utilisé pour les études de l'établissement du contact électrique

A : anode en platine

B : éprouvette.

Le courant continu est fourni par une alimentation stabilisée 30 V, 1 A. La différence de potentiel aux bornes des électrodes peut varier de 4 V à 10 V. On choisit une tension faible afin d'éviter une électrolyse trop importante, susceptible de modifier le mode de vaporisation à la surface de l'éprouvette (12).

I.6.3 - Enregistrement des phénomènes

Les périodes de contact pouvant être très brèves, de l'ordre de 0,02 s, nous utilisons des méthodes d'enregistrement dont la réponse est rapide.

Enregistreur photographique à inscription directe.

Il s'agit de l'enregistreur rapide A 0300 Schlumberger. Il est équipé d'un oscillographe à aimant mobile de résistance interne $650\ \Omega$, travaillant dans un domaine de fréquences s'étendant de 0 à 80 Hz avec une distorsion inférieure à 5 %.

Une lampe à vapeur de mercure émet un faisceau de lumière qui est focalisé sur le miroir du galvanomètre. Le spot du galvanomètre impressionne directement un papier photosensible que l'on révèle à la lumière du jour. La largeur moyenne des traces est de 0,4 mm et leur définition reste pratiquement constante quelle que soit la vitesse du balayage.

La gamme des vitesses de déroulement du papier s'étend de 2,5 à 2 500 mm/s.

On enregistre en plus le marquage transversal d'une base de temps au 100e de seconde.

Les inconvénients de cet enregistreur résident dans la faible largeur du papier (150 mm) et une largeur de bande à déflexion linéaire qui ne dépasse pas 60 mm. Comme nous utilisons essentiellement cet enregistreur pour mesurer des temps,

ces inconvénients ne nous ont pas gêné dans nos expériences.

L'étendue de mesure de l'oscillographe à aimant mobile étant de $\pm 0,21$ V, un amplificateur différentiel à courant continu nous permet d'avoir une déviation appréciable sur les enregistrements.

Oscilloscope cathodique.

Pour suivre les contacts possibles entre le liquide et la paroi métallique, nous utilisons un oscilloscope à deux voies CD 1400 Solartron.

On sait que la sensibilité est de 10 mV/cm pour une bande passante réduite du courant continu à 750 KHz.

La bande passante nécessaire à l'étude des phénomènes étant de l'ordre de 1 000 Hz, il n'y a pas de problème d'inertie avec l'oscilloscope.

On règle l'oscilloscope de façon à travailler uniquement en déviation verticale. Les deux traces sont superposées : l'une, fixe, sert de référence ; l'autre est branchée aux bornes de la résistance du circuit d'électrolyse. On peut ainsi déterminer le passage du courant entre le liquide et l'éprouvette.

I.6.4 - Mise en œuvre de la méthode

I.6.4.1 - Cas de l'instant initial de la trempe.

Dans ce cas, l'ensemble de la partie immergée de la surface de l'éprouvette participe à la conduction électrique puisque le fil d'amenée du courant est soudé à la partie supérieure de l'éprouvette qui n'est pas trempée totalement dans le liquide pour éviter un court circuit entre le fil d'arrivée du courant et l'électrolyte.

I.6.4.2 - Cas du refroidissement d'une éprouvette enrobée d'un dépôt réfractaire.

Lorsque l'éprouvette est enrobée d'un dépôt de zircone par exemple, seule une petite portion de sa surface est conductrice.

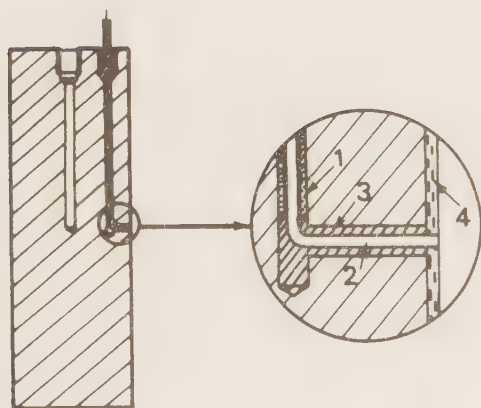


Figure 2

Section de l'éprouvette de 16 mm de diamètre montrant le positionnement du fil d'argent pour la détermination du contact électrique

1 - perle en alumine - $D = 1 \text{ mm}$

2 - fil d'argent - $D = 0,3 \text{ mm}$

3 - ciment réfractaire

4 - zircone

La figure 2 représente le montage. Un fil d'argent de 0,3 mm de diamètre passe dans un puits de 2,5 mm de diamètre,

creusé à l'intérieur de l'éprouvette et ressort à sa surface par un trou de même diamètre que le puits. Le fil est isolé de la masse de l'éprouvette par une perle en alumine de 1 mm de diamètre placée dans le puits creusé à l'intérieur de l'éprouvette. Du ciment réfractaire est coulé dans le trou qui débouche à la surface pour parfaire l'isolation électrique.

On laisse dépasser le fil d'une longueur suffisante, puis on réalise au chalumeau le dépôt sur l'éprouvette. Ensuite, par polissage, le fil est arasé. La surface est donc uniforme.

Dans cette technique, il faut prendre de très grands soins lorsque l'on installe le fil à l'intérieur de l'éprouvette et surtout à l'endroit où le fil est coudé pour déboucher sur la surface. L'isolation électrique doit être parfaite. Elle est vérifiée avant chaque expérience. Il faut être sûr que les signaux électriques que l'on enregistre sont dûs uniquement au mode de vaporisation du liquide et non pas à une mauvaise isolation électrique du fil. S'il n'en est pas ainsi, on peut être conduit à des interprétations erronées des phénomènes.

En utilisant un fil de 0,3 mm de diamètre, la portion de surface métallique émergeant à la surface est de 8.10^{-2} mm^2 . Dans ces conditions, on peut être sûr que le mode de vaporisation, donc le transfert de chaleur, sur le dépôt n'est pas influencé par l'élément métallique.

I.6.5 - Précision et limites de la méthode

La méthode est très sensible et nous permet de mettre en évidence des phénomènes indécélables par des mesures de température.

La mise au point et l'emploi de cette méthode, très simple dans ses principes, s'est révélée longue et délicate à cause des problèmes que pose l'isolation électrique à haute température, dans le cas, surtout, où l'étude des phénomènes très ponctuels rend la miniaturisation indispensable. C'est cependant grâce au développement de cette technique que nous avons pu d'une part, interpréter les mécanismes d'établissement du contact à l'instant initial de la trempe d'autre part, analyser le processus de l'ébullition larvée.

I.7 - CINEMATOGRAFIE ULTRARAPIDE

La détermination du contact électrique fournit des renseignements sur le comportement du liquide à la surface de l'éprouvette au cours du refroidissement. Pour affiner les expériences, nous utilisons une méthode de cinématographie ultrarapide qui permet de visualiser le mode de vaporisation du liquide.

A l'aide des deux techniques qui sont complémentaires et peuvent être utilisées simultanément, il est possible d'interpréter les mécanismes des modes de vaporisation.

La cinématographie permet la mesure des paramètres qu'il est impossible de mesurer par une autre méthode : par exemple la variation de l'épaisseur de la couche de caléfaction, l'allure des instabilités hydrodynamiques et l'évaluation de leur fréquence. De plus, on peut effectivement voir ce qui se passe à la surface de l'éprouvette lorsque l'on projette les films avec un ralenti qui peut atteindre 400 fois.

I. 7. 1 - Caméra ultrarapide

C'est une caméra Hitachi "modèle 16 HM". Elle est du type à prismes tournants. La vitesse varie de 500 à 10 000 images par seconde avec un tambour à quatre prismes.

Elle utilise un film de 16 mm en bobines de 30 mètres ou de 120 mètres. Lorsqu'on utilise 120 mètres de film, il est nécessaire d'employer des bobines équilibrées à cause de la grande vitesse de rotation.

C'est la tension imposée aux moteurs qui fixe la vitesse de la caméra. Elle n'atteint donc pas sa vitesse maximale instantanément comme le montre l'abaque de la figure 3.

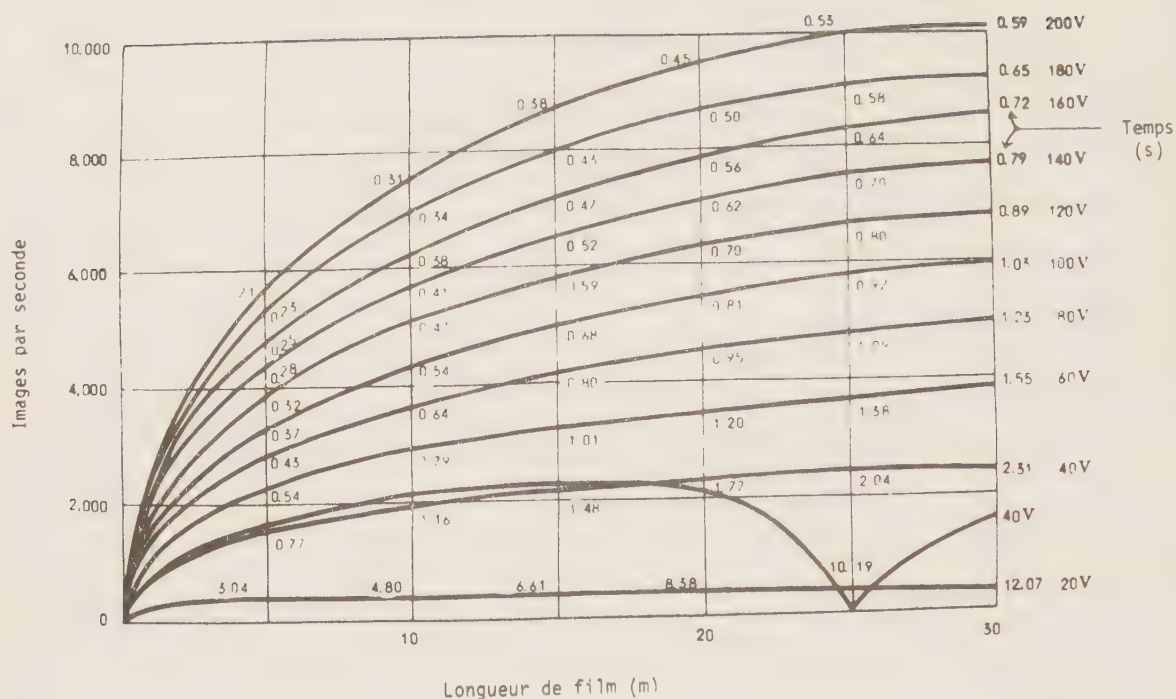


Figure 3

Abaque représentant les variations de la vitesse de prise de vues en fonction de la longueur du film pour différentes valeurs de la tension imposée au moteur de la caméra.

Pour déterminer sur le film à chaque instant la vitesse de prise de vues, un générateur envoie des impulsions à une lampe au néon, qui située à l'intérieur de la caméra, impressionne le côté du film. On peut faire varier la fréquence des impulsions : 10, 100 et 1 000 Hz suivant la vitesse de rotation du film. Il suffit donc de compter le nombre d'images entre deux "top" pour connaître la vitesse de prise de vues.

Le film passe en continu. On ne peut arrêter la caméra à l'aide d'un frein électromagnétique que lorsque la tension imposée au moteur est inférieure à 40 V, soit 2 000 images/seconde.

Nous utilisons des objectifs de 50 mm et de 105 mm de focale.

Pour les prises de vues rapprochées, l'usage d'un soufflet ou de bagues est nécessaire.

Les films de 16 mm sont des émulsions Kodak Eastman 4 X 7224 à pas court, de grande sensibilité (400 ASA) et de granulation moyenne.

Ils sont développés au laboratoire à l'aide d'une développeuse automatique, dans du révélateur D 19 Kodak qui accroît la sensibilité du film en la portant à 600 ASA. Le développement dure 10 minutes pour 30 mètres de film. Il n'est possible de développer que 30 mètres de film à la fois. Les films de 120 mètres sont développés en quatre fois.

1.7.2 - Montage expérimental

La figure 4 représente l'ensemble du montage expérimental.

Nous distinguons :

- la caméra elle-même et son bloc d'alimentation.

Elle est fixée sur un pied très stable, pour éviter tout déplacement accidentel de la caméra dû, en particulier au couple des moteurs.

- le four, qui est fixe et le moteur permettant à l'éprouvette placée dans le four de descendre dans le bac de trempe à vitesse constante. La vitesse de pénétration dans le liquide de trempe est de 18 cm/s. L'éprouvette pénètre dans le liquide sans vibrations. Un minirupteur arrête le moteur un peu avant la fin de

la course proprement dite et des amortisseurs en caoutchouc, placés sur le portique support de l'éprouvette, évitent un arrêt trop brutal sur les butoirs.

- l'éclairage. A l'avant, il y a six lampes à halogène de 250 W chacune, alimentées en 24 V, réparties de chaque côté du bac de trempe, qui fournissent une puissance lumineuse de 1 500 W. Le faisceau de chaque lampe est concentré, grâce à un condenseur, sur l'éprouvette de trempe.

La forte puissance lumineuse est rendue nécessaire par le fait que la caméra tourne à 10 000 images/seconde et que le temps de pose ne dépasse pas 2.10^{-5} s.

Nous filmons à travers une certaine masse d'eau qui absorbe une partie de la lumière.

A l'arrière, deux lampes de projecteur de 150 W, alimentées en 220 V, sont disposées de part et d'autre du bac de trempe. Elles servent à faire "briller" les bulles ou la couche de vapeur. Elles permettent de donner un certain relief aux phénomènes de vaporisation qu'il est difficile de bien mettre en évidence.

- Déclenchement de la caméra.

Pour étudier la pénétration de l'éprouvette de trempe dans le liquide, c'est-à-dire la période initiale de la trempe, il faut, pour qu'elle atteigne une vitesse suffisante, déclencher la caméra avant l'entrée de l'éprouvette dans le liquide. Pour ce faire, le chariot support de l'éprouvette actionne un minirupteur

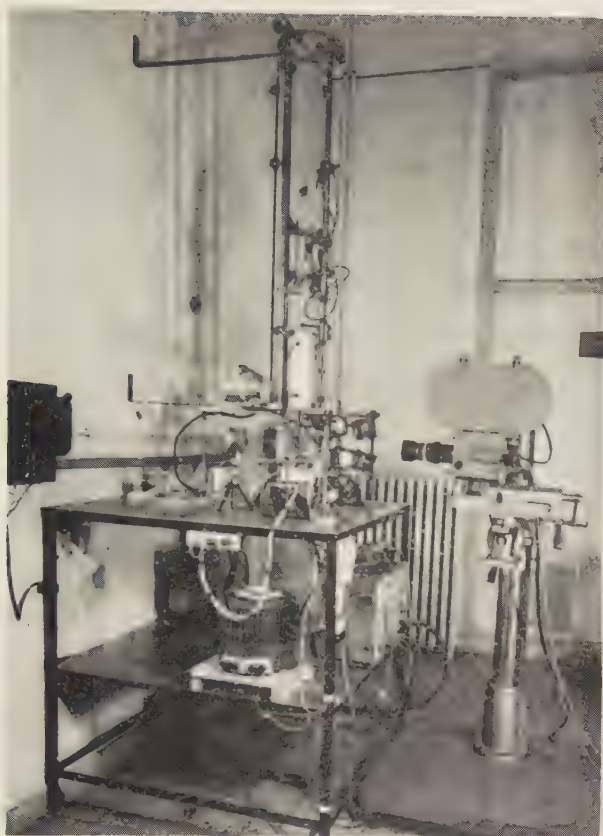


Figure 4

Photographie de l'ensemble du montage expérimental utilisé pour la réalisation des films

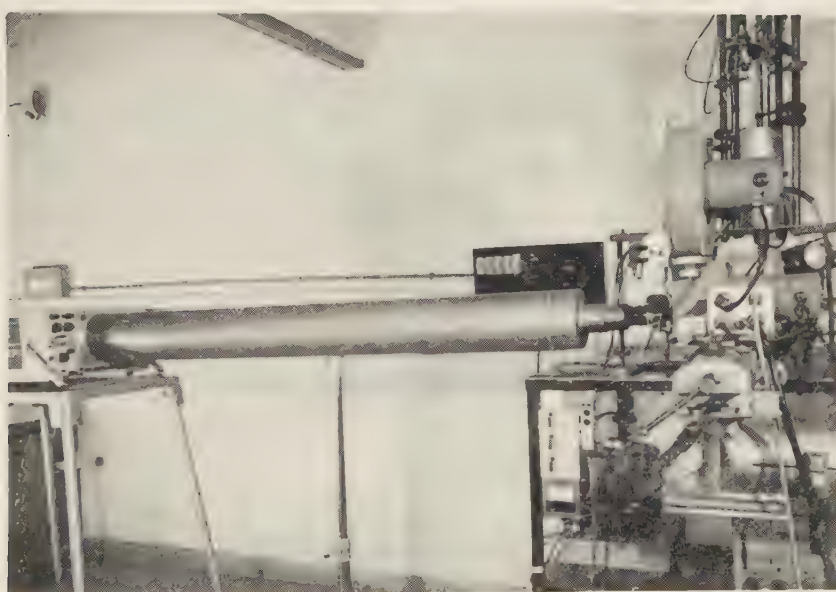


Figure 5

Photographie de l'ensemble caméra ultrarapide oscilloscope

qui déclenche la caméra avant que l'éprouvette ne soit dans le liquide. A l'instant de l'immersion, la caméra tourne déjà à 6 000 images/seconde, vitesse suffisante.

Nous avons été obligé d'automatiser la manipulation à cause des temps très brefs qui sont en jeu : un film de 30 mètres se déroule en 0,59 s, si l'on veut atteindre 10 000 images/seconde à la fin du film. Pour que la caméra filme à 6 000 images/seconde au moment où l'éprouvette pénètre dans le liquide, il faut la déclencher 0,22 s avant. Pour fixer les idées, une vitesse de 6 000 images/seconde correspond à un ralenti de 250, lors de la projection du film sur un projecteur classique qui tourne à 24 images / seconde.

Avec ce système, lorsque les réglages sont terminés, il suffit d'abaisser l'interrupteur qui commande la descente de l'éprouvette pour déclencher l'ensemble de la manipulation.

Ayant des conditions d'expérience reproductibles, il est plus facile de comparer les films entre eux lors de leur dépouillement image par image.

I. 7. 3 - Montage de la caméra avec un oscilloscope enregistreur des paramètres caractéristiques de la vaporisation.

L'utilisation d'un oscilloscope qui permet d'enregistrer les variations d'un paramètre en fonction du temps, en même temps que l'on filme le phénomène physique autorise l'analyse des relations

entre l'établissement du contact électrique et l'un quelconque des modes de vaporisation à la surface de l'éprouvette.

On adjoint à la caméra un système optique qui permet de faire apparaître le spot de l'oscilloscope sur le film. Ce système comprend :

- un objectif de focale 100 mm, $F = 2,8$
- un compensateur d'image qui est constitué par un prisme permettant au spot de l'oscilloscope de se déplacer horizontalement sur le film
- un bloc optique comprenant deux lentilles et un prisme rectangulaire qui sert de relais au spot de l'oscilloscope lorsqu'on veut filmer un phénomène en même temps que les déviations du spot.

Tout cet ensemble se monte sur la porte de la caméra comme le montre la figure 5.

Un tube de 1,20 m de long va de l'écran de l'oscilloscope à l'objectif pour éviter les lumières parasites.

Il est nécessaire de disposer d'un oscilloscope dont le spot est très lumineux pour que compte tenu de la vitesse de rotation, le film soit impressionné.

Les réglages optiques sont faits de telle façon que sur une moitié du champ on observe le mode de vaporisation du liquide au cours du refroidissement de l'éprouvette et sur l'autre, les déviations du spot de l'oscilloscope, dues au contact métal - liquide.

CHAPITRE II

INSTANT INITIAL DE LA TREMPE DANS

UN LIQUIDE VAPORISABLE

La température de contact qui s'établit entre une éprouvette de trempe portée à haute température et un liquide vaporisable est généralement supérieure à la température de vaporisation du liquide. On sait également que le mode d'apparition de la phase vapeur peut être radicalement différent selon les circonstances.

Dans le cas du régime permanent de transfert de la chaleur, NUKIYAMA (13) a établi une courbe qui représente les variations de la densité de flux de chaleur qui sort d'un fil de platine chauffé par effet Joule et plongé dans l'eau bouillante, en fonction de la différence de température entre la paroi d'échange et l'eau (figure 6).

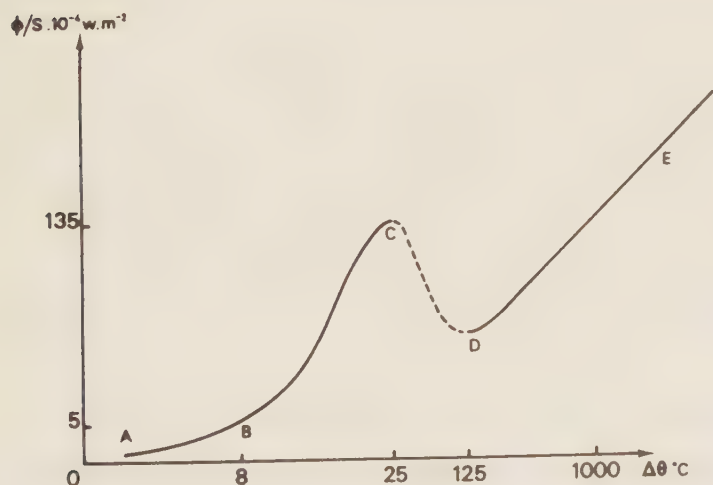


Figure 6
Courbe de NUKIYAMA
(eau 100°C)

Cette courbe qui est caractéristique de chaque liquide, permet de distinguer les différents modes de vaporisation. Lorsque la température superficielle de la paroi est élevée le fil est entouré d'une gaine continue de vapeur : c'est la caléfaction ou

ébullition en film (portion DE de la courbe).

Quand la température superficielle du fil diminue, des bulles de vapeur prennent naissance sur sa surface et vont se condenser au sein du liquide : c'est l'ébullition nucléée (portion BC de la courbe).

A plus basse température, le fil se refroidit par convection naturelle (partie AB de la courbe). Entre C et D, il existe un mode de vaporisation instable et complexe qui correspond à la transition entre la caléfaction et l'ébullition nucléée.

D'après les résultats de NUKIYAMA, nous voyons que c'est la température superficielle du métal qui détermine le mode de vaporisation du liquide, donc le coefficient de transfert de la chaleur du solide au liquide.

En régime de trempe, donc en mode transitoire de transfert de chaleur, la courbe de NUKIYAMA n'est pas directement transposable, mais elle reste cependant suffisante pour décrire qualitativement les phénomènes de vaporisation.

Nous distinguons les lois de refroidissement pour lesquelles il n'y a pas de régime de caléfaction et celles pour lesquelles il existe un régime de caléfaction.

Dans le cas le plus général de la trempe d'une éprouvette métallique dans un liquide vaporisable, le refroidissement comporte quatre étapes successives : la période initiale, le

régime de caléfaction, le régime d'ébullition nucléée et le régime de convection naturelle.

BECK (14) a mis en évidence l'importance de l'instant initial de trempe en montrant que l'ensemble du processus de refroidissement de l'éprouvette en dépend. A cause de la brièveté des phénomènes mis en jeu, le mécanisme de prise de contact est très difficile à atteindre par l'expérience.

Dans ce chapitre, nous poursuivons l'étude de l'instant initial de trempe en déterminant les domaines d'existence des différents modes de vaporisation et les mécanismes de la prise de contact entre l'éprouvette et le liquide.

II.1 - *LE CONTACT BRUSQUE*

II.1.1 - *Calcul de la température de contact brusque entre deux milieux semi-infinis*

Rappelons, avant d'en discuter, les conditions dans lesquelles le calcul de la température de contact est poursuivi.

On considère deux milieux semi-infinis pris à des températures initiales uniformes mais différentes θ_1 et θ_2 . A l'instant initial on les met brusquement en contact et on cherche l'évolution de la température sachant que les propriétés thermiques des deux milieux sont différentes.

L'équation de la chaleur pour chaque milieu s'écrit :

$$\frac{\partial \theta_1(x, t)}{\partial t} = a_1 \frac{\partial^2 \theta_1(x, t)}{\partial x^2} \quad (t > 0 ; x > 0)$$

$$\frac{\partial \theta_2(x, t)}{\partial t} = a_2 \frac{\partial^2 \theta_2(x, t)}{\partial x^2} \quad (t > 0 ; x < 0)$$

avec $a_1 = \frac{\lambda}{c_1 \rho_1}$ et $a_2 = \frac{\lambda}{c_2 \rho_2}$ qui sont les diffusivités thermiques de chaque milieu. λ étant la conductivité thermique
 c la chaleur massique
 ρ la masse volumique.

L'origine des abscisses est prise au point de contact entre les deux milieux.

Les conditions aux limites s'écrivent alors :

$$\theta_1(x, 0) = f_1(x); \theta_2(x, 0) = f_2(x)$$

$$\frac{\partial \theta_1(+\infty, t)}{\partial x} = \frac{\partial \theta_2(-\infty, t)}{\partial x} = 0$$

$$\theta_1(+0, t) = \theta_2(-0, t)$$

$$\lambda_1 \frac{\partial \theta_1(0, t)}{\partial x} = \lambda_2 \frac{\partial \theta_2(0, t)}{\partial x}$$

En utilisant les transformées de Laplace, on résout l'équation de la chaleur dans ce cas particulier (15).

On montre que lorsque $t \rightarrow \infty$, les deux températures

d'équilibre des deux milieux sont égales à :

$$\theta(x, \infty) = \frac{K_E}{1 + K_E}$$

avec $K_E = \left(\frac{\lambda_1 c_1 \rho_1}{\lambda_2 c_2 \rho_2} \right)^{1/2} = \left(\frac{E_1}{E_2} \right)^{1/2}$

Le coefficient $E = \sqrt{\lambda c \rho}$ est appelé effusivité ou coefficient d'arrachement thermique du milieu.

A la surface, en l'absence de résistance de contact, la température est commune aux deux milieux. Elle s'instaure dès l'instant du contact et reste constante pendant tout le transfert de chaleur.

$$\theta(0, t) = \theta(x, \infty) = \frac{K_E}{1 + K_E}$$

soit donc : $\theta_1(0, t) = \theta_2(0, t) = \theta_{ci}$ température de contact initial.

Ce qui donne la valeur de θ_{ci}

$$\theta_{ci} = \frac{\theta_1 E_1 + \theta_2 E_2}{E_1 + E_2}$$

II. 1. 2 - Cas de la trempe dans un liquide vaporisable

Dans le cas de la trempe, les deux milieux en présence sont d'une part un solide, d'autre part un liquide.

Les hypothèses que nous avons posées pour établir la température de contact brusque entre deux milieux semi-infinis sont applicables à l'instant initial de la trempe puisque la température de chaque milieu est uniforme et la durée de l'instant initial est suffisamment faible pour qu'on puisse considérer qu'ils s'étendent à l'infini de part et d'autre de la surface de contact.

Donc, d'après la théorie du contact brusque, la surface de l'éprouvette va prendre instantanément une température θ_{ci} . Notons que, compte tenu des ordres de grandeur, nous pouvons ne pas prendre en compte les phénomènes paradoxaux qu'introduit la théorie.

Nous avons vu que c'est la valeur de la température superficielle de l'éprouvette qui détermine le mode de vaporisation du liquide. Donc il faut considérer deux cas suivant que la température de contact sera telle que puisse s'instaurer, lors de la prise de contact, soit la caléfaction soit l'ébullition nucléée, comme BECK (5) l'a montré.

Cependant, la théorie du contact brusque n'est valable que s'il y a contact entre les deux milieux. Dans le cas de l'ébullition nucléée, on sait que pour que des bulles de vapeur prennent naissance à la surface du métal, le liquide vient en contact direct avec le solide. Dans le cas de la caléfaction où l'éprouvette est entourée d'une gaine continue de vapeur d'eau, il faut supposer qu'il y a d'abord contact entre le liquide et le solide, c'est-à-dire que la température superficielle de l'éprouvette passe de θ_0 , valeur de la température initiale de trempe, à θ_{ci} , valeur de la

température de contact.

La chute très rapide de la température superficielle se traduit par une "bouffée de chaleur" suffisante pour former le film continu de vapeur. Il en résulte une remontée de la température superficielle jusqu'à une valeur voisine de la température initiale de l'éprouvette. Le refroidissement est alors assez lent, puisqu'il s'effectue à travers la gaine de vapeur. Cette variation brutale de la température superficielle est impossible à suivre par des mesures de température classiques.

En toute rigueur, nous ne pouvons appliquer la formule du contact brusque au calcul de la température de surface que dans le cas où le mode de vaporisation à l'instant initial de la trempe serait l'ébullition nucléée.

II. 2 - *RESULTATS EXPERIMENTAUX*

La température de contact brusque θ_{ci} n'est pas mesurable. On ne connaît que la température initiale de trempe θ_0 . A partir de θ_0 et des propriétés thermiques des deux milieux, nous pouvons calculer θ_{ci} .

En faisant varier la température initiale θ_0 et en calculant la température de contact θ_{ci} correspondante d'une éprouvette dans un liquide donné, nous déterminons alors expérimentalement les températures superficielles limites d'existence de la caléfaction et de l'ébullition nucléée, au cours de la trempe.

Nous avons effectué cette étude dans le cas de plusieurs liquides pris à différentes températures.

Il s'agit donc de définir les points caractéristiques d'une courbe analogue à la courbe de NUKIYAMA, qui seraient valables en régime transitoire de transfert de chaleur.

II. 2. 1 - Eau pure

Pour déterminer les températures de la surface de transfert qui correspondent aux limites supérieure et inférieure du régime de transition, nous utilisons une éprouvette cylindrique en nickel de 10 mm de diamètre et de 10 mm de hauteur.

Les propriétés de sa surface doivent être connues et conserver une valeur constante d'une expérience à l'autre. Comme nous utilisons plusieurs éprouvettes, il est impératif d'avoir un état de surface reproductible. Dans ce but, nous polissons l'éprouvette sur toutes ses faces, puis nous l'oxydons à l'air à 800° C et la trempons dans l'eau bouillante.

Pour déterminer les limites du domaine de températures initiales qui conduiront au régime de transition, nous procédons par approximations successives. L'éprouvette est trempée dans l'eau depuis une température θ_0 suffisamment élevée pour provoquer un régime de caléfaction. Nous diminuons ensuite progressivement cette température initiale de trempe jusqu'à obtenir le régime d'ébullition nucléée seule. Nous faisons ensuite les opérations inverses : partant d'une température initiale assez basse, nous l'élevons

progressivement jusqu'à l'apparition de la caléfaction. Nous déterminons ainsi les températures initiales de trempe qui encadrent celles qui entraînent le régime de transition (16).

Pour l'eau pure, c'est l'observation visuelle qui permet de déceler avec le plus de sensibilité l'apparition d'un bref film de caléfaction car il est quelquefois difficile, compte tenu de l'inertie de l'ensemble de mesure, de distinguer l'existence d'un bref régime de caléfaction.

Pour l'eau prise à 100, 95, 90, 80, 60, 40 et 20° C, nous avons déterminé les températures initiales de trempe qui fixent les limites d'existence de la caléfaction et de l'ébullition nucléée. Nous appelons ces températures T_i et T_s , températures initiales critiques de trempe inférieure et supérieure (5).

A partir de ces températures critiques de trempe T_i et T_s qui, lors du contact, donnent sur la surface les températures L_i et L_s , nous pouvons calculer, à l'aide de la formule de contact brusque, la température de contact θ_{ci} entre l'éprouvette et l'eau puisque nous connaissons d'une part les effusivités respectives de l'oxyde de nickel et de l'eau (tableau II.A) et, d'autre part la température θ_L de l'eau.

Le tableau II.B donne les valeurs correspondantes des températures T_i , T_s , L_i , L_s . Nous en déduisons la courbe de la figure 7 qui représente les variations des températures critiques de contact L_i et L_s en fonction de la température de l'eau. Les points représentatifs s'alignent sur deux droites, à la précision

Milieux	λ $\text{W.m}^{-1}(\text{°C})^{-1}$	c $\text{J.kg}^{-1}(\text{°C})^{-1}$	ρ kg.m^{-3}	E $\text{W.m}^{-2}\text{s}^{1/2}(\text{°C})^{-1}$
Ag	375,84	25,08	10 500	31 574
Ni	58,46	585,2	8 900	17 843
NiO	5,01	710,6	7 450	5 158
Na_2SiO_3	1,46	125,4	2 500	2 091
Eau 20°C	0,678	4 180	1 000	1 687
Eau 100°C	1,10	4 221,8	630	1 715

(Handbook of Thermophysical properties of solid material.
The Macmillan Company, New York 1961)

Tableau II.A

θ_L °C	T_i °C	L_i °C	T_s °C	L_s °C
100	210	180	230	200
95	240	200	260	220
90	270	220	290	240
80	320	255	340	275
60	430	335	450	355
40	535	410	555	430
20	640	490	680	515

Tableau II.B

de l'expérience près.

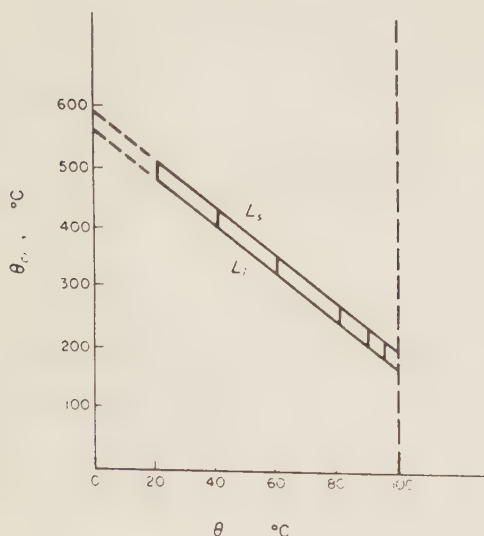


Figure 7

Variations des températures L_i et L_s en fonction de la température de l'eau.

La connaissance de ces deux droites est très utile car elle permet de prévoir, en fonction de θ_L , le type de loi de refroidissement obtenu par trempe d'une éprouvette métallique dans l'eau pure.

Nous insistons sur le fait que les températures limites ainsi déterminées, le sont à l'instant initial de la trempe. Il ne faut pas les confondre avec les températures limites obtenues en refroidissement continu.

Pour utiliser, dans un cas pratique, les courbes de la figure 7, il faut connaître la valeur de l'effusivité superficielle de la pièce métallique, la température initiale de trempe et la température de l'eau.

On calcule alors la température de contact correspondante et on regarde dans quel domaine elle se situe sur le

graphique :

- si $\theta_{ci} < L_i$ le passage de la chaleur provoque uniquement le régime d'ébullition nucléée ;
- si $\theta_{ci} > L_s$ il apparaît un régime de caléfaction suivi du régime d'ébullition nucléée.

Dans les conditions de leur détermination, c'est-à-dire dans le cas du contact brusque, les courbes de la figure 7 sont indépendantes de la nature, de la forme et des dimensions de l'éprouvette. Elles caractérisent alors le liquide de trempe.

II.2.2 - Solutions aqueuses de NaOH, NaCl, LiCl

Nous avons choisi, pour ces solutions aqueuses, la concentration de 10 % parce qu'elle est souvent utilisée en pratique et aussi parce que dans le cas de la solution de soude le titre est assez faible (2,5 N) pour qu'elle ne présente que peu de dangers de manipulation.

Pour déceler l'apparition d'un film de caléfaction nous avons utilisé la méthode différentielle d'enregistrement des écarts de température entre le centre et la surface de l'éprouvette. En effet, l'observation directe devient difficile à cause de la rapidité et de la violence des phénomènes. Nous préférons donc à l'observation directe une méthode d'enregistrement qui nécessite par ailleurs une éprouvette de plus grandes dimensions pour laquelle les phénomènes sont plus lents.

Nous utilisons une éprouvette cylindrique en nickel de 16 mm de diamètre et de 48 mm de hauteur. L'aspect de la courbe $\Delta\theta = f(t)$ de variation des écarts de température en fonction du temps nous permet de déterminer avec précision le processus de refroidissement (10) (17). Il suffit en effet d'observer si la courbe présente ou non un point d'inflexion.

Les températures initiales critiques de trempe qui encadrent le régime transitoire de vaporisation sont déterminées en utilisant, comme dans le cas de l'eau pure, la méthode d'approches successives.

Les solutions sont portées successivement à la température d'ébullition, à 80° C, 60° C et 40° C. Pour les solutions de soude nous nous sommes limité à 60° C. D'autre part les solutions de NaCl et LiCl prises à une température inférieure à 40° C exigeraient des températures initiales de trempe supérieures à celles que notre four permet de réaliser.

Connaissant les températures initiales de trempe T_i et T_s qui limitent le régime de transition, il suffit d'appliquer la formule du contact brusque. Si l'effusivité de l'oxyde de nickel est connue, celle des solutions que nous avons étudiées n'est pas connue avec précision. Nous n'avons pas pu trouver l'ensemble des propriétés physiques dans la littérature surtout en ce qui concerne la conductivité thermique des solutions.

Les concentrations en soluté sont faibles : 2,5 M/l NaOH ; 2,35 M/l LiCl ; 1,72 M/l NaCl. En première approximation, nous

pouvons confondre les propriétés thermiques des solutions aqueuses avec celles de l'eau pure (18).

Le tableau II.C rassemble les résultats obtenus dans le cas des solutions aqueuses. Sur la figure 8, nous avons tracé les courbes des variations de L_i et de L_s en fonction de la température des solutions.

θ_L	°C		101	80	60	40
NaCl 10 %	°C	T_i	200	550	800	950
		L_i	175	435	620	725
		T_s	220	600	850	1000
		L_s	190	470	660	760
LiCl 10 %	°C	T_i	220	600	850	1000
		L_i	190	470	660	760
		T_s	260	650	900	1050
		L_s	220	500	700	800
NaOH 10 %	°C	T_i	250	700	950	
		L_i	210	535	725	
		T_s	300	750	1000	
		L_s	250	585	775	

Tableau II.C

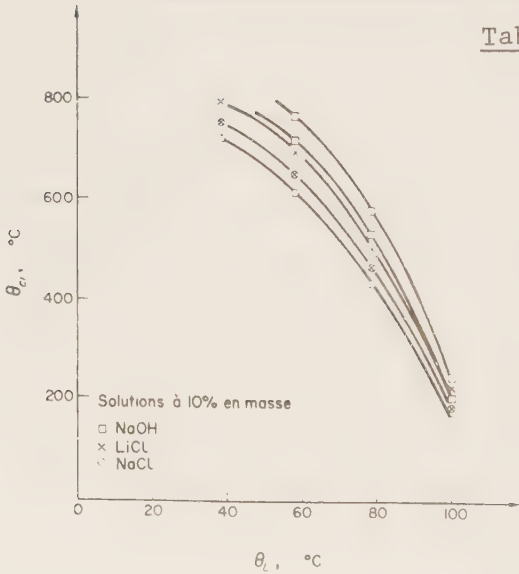


Figure 8

Variations des températures L_i et L_s en fonction de la température de la solution.

II.2.3 - *Influence de la nature des solutés sur les* *températures L_i et L_s*

La comparaison des courbes de la figure 7 et de celles de la figure 8, montre que la présence dans l'eau d'un soluté non décomposable thermiquement, fait remonter L_i et L_s dans l'échelle des températures. On peut ainsi tremper depuis 800° C, une éprouvette dont la surface a les propriétés de NiO, dans une solution à 10 % de NaCl à 20° C sans avoir de caléfaction. Cela explique l'intérêt présenté par l'utilisation d'une telle solution par rapport à l'eau qui, dans les mêmes conditions, produit un refroidissement moins rapide parce qu'il y a caléfaction. Cette propriété des solutions salines est connue depuis longtemps des métallurgistes sous le terme d'"effet de sel" (1) (19).

Les facteurs pouvant faire varier la température de transition entre la caléfaction et l'ébullition dans le cas des solutions ne peuvent être ni la valeur de l'effusivité de la solution qui est très voisine de celle de l'eau, ni la chaleur latente de vaporisation qui ne varie pas beaucoup compte tenu des concentrations relativement faibles en soluté que nous utilisons. En revanche, la présence du soluté agit sur le mode de vaporisation du liquide sans modifier ses propriétés de vaporisation. Ce sont donc les propriétés de l'interface solide - liquide qui doivent être modifiées.

Nous remarquons en effet qu'au cours de la trempe d'une éprouvette en nickel dans une solution aqueuse de NaCl à 10 % depuis une température initiale supérieure à T_g , il se produit une précipitation du sel sur la paroi de l'éprouvette qui, selon un

mécanisme que nous décrivons au chapitre IV, provoque la rupture de la gaine de caléfaction (9). Si l'on trempe depuis une température telle que l'on obtienne directement le régime d'ébullition nucléée, on observe une précipitation de sel dès l'introduction de l'éprouvette dans la solution.

Comme toute expérimentation est impossible pour étudier les phénomènes se déroulant pendant la période initiale de la trempe dans des solutions, nous ne pouvons que formuler l'hypothèse que c'est la précipitation du sel à la paroi et la modification qu'elle crée du processus de l'ébullition qui produit cette remontée de la température de transition entre caléfaction et ébullition nucléée, dans le cas des solutions aqueuses de solutés thermiquement stables.

Nous avons constaté que, quelle que soit la nature du soluté, les valeurs de T_i et de T_s sont plus élevées que dans le cas de l'eau pure. Il faut remarquer également, que toutes choses égales par ailleurs, plus le soluté est soluble, plus les valeurs de T_i et de T_s sont élevées.

II.2.4 - Influence sur T_i et T_s de l'effusivité superficielle de l'éprouvette

La température de contact brusque θ_{ci} entre l'éprouvette de trempe et le liquide dépend de leurs effusivités et de leurs températures respectives.

Il est important de signaler que, dans le cas de la trempe

dans un liquide donné, l'effusivité superficielle du solide est souvent le seul paramètre que l'on puisse modifier sans faire varier la température θ_{ci} . BECK (20) a montré que, pour l'eau prise à 20° C, on peut déplacer le régime de transition dans l'échelle des températures en modifiant l'effusivité superficielle de l'éprouvette.

On peut ainsi vérifier la validité de l'application de la théorie du contact brusque à l'instant initial de la trempe et donner un sens physique très concret à l'effusivité, introduite par ailleurs de façon théorique.

Expérimentalement on procède de la façon suivante : on modifie l'effusivité superficielle de l'éprouvette en réalisant sur sa surface des dépôts minces, de l'ordre de 10 μm , dont la résistance thermique est négligeable. En effet, comme nous le verrons plus loin, si le dépôt est épais, il intervient par la valeur de sa résistance thermique $R = \frac{e}{\lambda}$, e étant l'épaisseur du dépôt et λ sa conductivité thermique.

Par la méthode d'approches successives déjà citée, on détermine T_i et T_s . On peut également calculer T_i et T_s à l'aide des températures L_i et L_s mesurées sur la courbe de la figure 7. On a :

$$T_i = \frac{L_i (E_s + E_L) - \theta_L E_L}{E_s}$$

E_s désignant l'effusivité du solide et E_L celle du liquide.

Dans l'étude que nous avons faite, nous obtenons un accord excellent entre la mesure de T_i et son calcul à partir de la

courbe de la figure 7.

Les courbes de la figure 9 représentent les variations des températures initiales critiques de trempe en fonction de la température de l'eau pour une éprouvette en nickel chauffée sous vide et une éprouvette en nickel oxydée.

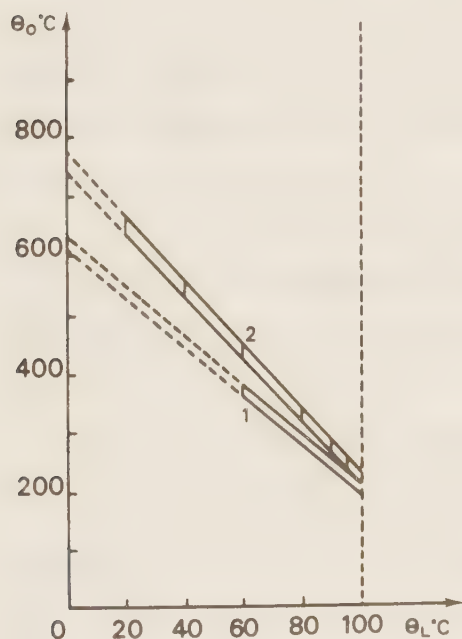


Figure 9

Variations, en fonction de la température de l'eau, de la température initiale critique de trempe. Différence entre le nickel (1) et le nickel oxydé (2).

Sur ces courbes on remarque l'importance de l'effusivité superficielle. Les valeurs des effusivités respectives sont très différentes $E = 17843$ (M K S) pour le nickel et $E = 5158$ (M K S) pour NiO. Donc, pour une éprouvette constituée du même métal, on obtiendra deux lois de refroidissement différentes suivant que le métal est oxydé ou non.

Sur la figure 10, on voit la différence entre des éprouvettes en nickel recouvertes soit d'oxyde NiO, soit d'une mince couche d'argent déposée électrolytiquement, soit encore d'une

couche de silicate de sodium.

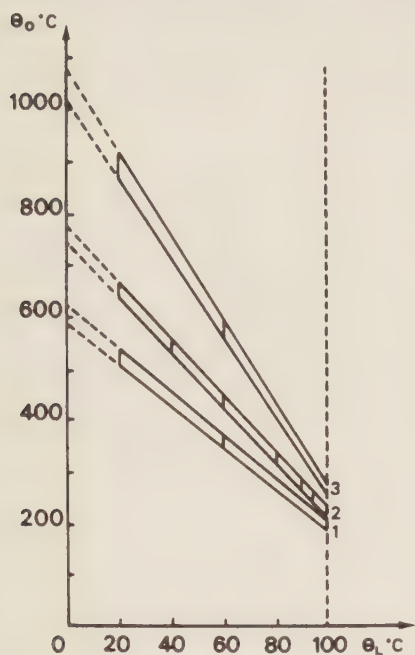


Figure 10

Variations, en fonction de la température de l'eau, de la température initiale critique de trempe pour des éprouvettes identiques enrobées :
 (1) argent, (2) oxyde de nickel,
 (3) silicate de sodium.

Avec le silicate de sodium, substance qui avec $E = 2091$ (M K S) a la plus faible effusivité parmi celles que nous avons utilisées, la température initiale de trempe sans caléfaction est la plus élevée. Sur le plan du traitement de trempe des alliages, c'est souvent dans ce cas qu'on obtient les meilleurs résultats. L'intérêt du silicate de sodium a été montré par BECK (20) qui a réalisé aisément la trempe de pièces en acier normalement délicates à traiter.

Pour modifier la loi de refroidissement d'une éprouvette on peut agir soit sur la température θ_L du liquide de trempe, soit sur l'effusivité E de la surface de l'éprouvette. Il apparaît clairement, d'après les courbes tracées pour des éprouvettes en nickel recouvertes de différents dépôts (figure 10), que plus l'effusivité de la surface est faible, plus il est facile d'éviter la caléfaction même pour des températures initiales de trempe élevées.

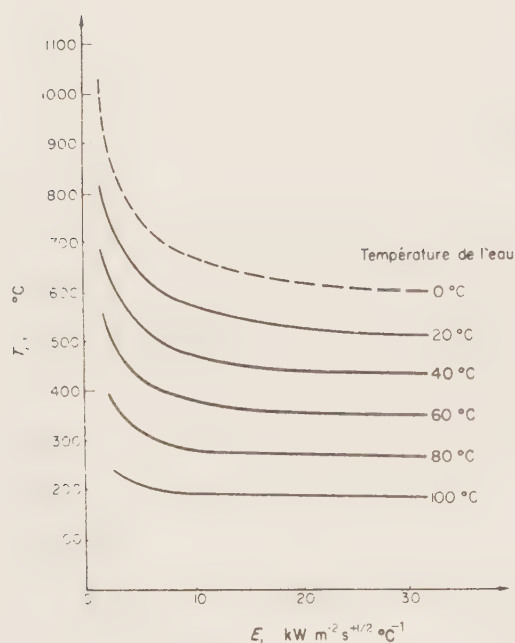


Figure II

Variations de la température initiale critique de trempe en fonction de l'effusivité de la surface solide, pour l'eau distillée.

La figure 11 représente les variations de la température limite T_i de trempe sans caléfaction en fonction de l'effusivité superficielle E d'une éprouvette trempée dans l'eau prise à différentes températures.

Pour $\theta_L = 100^\circ \text{C}$, la température initiale de trempe n'augmente de façon sensible que pour les très faibles valeurs de E . En revanche, pour $\theta_L = 20^\circ \text{C}$, il suffit d'une très petite diminution de E pour faire remonter T_i vers les hautes températures, à condition toutefois que E soit inférieure à 7000 (M K S). Pour obtenir un refroidissement efficace, il faut donc trouver des revêtements de très faible effusivité, capables de supporter des températures élevées et pouvant s'appliquer facilement en couches minces sur l'éprouvette.

II.3 - *MECANISMES DE LA PRISE DE CONTACT DE L'ÉPROUVETTE AVEC L'EAU PURE*

Ayant mesuré, pour une température θ_L donnée de l'eau, les limites d'existence des régimes de caléfaction et d'ébullition nucléée, il est indispensable, pour connaître la loi de refroidissement d'une éprouvette, de déterminer le mode de vaporisation qui s'établit sur la surface lors de la trempe depuis une température initiale quelconque.

Nous étudions comment s'établissent ces modes de vaporisation à la surface de l'éprouvette, au moment de la prise de contact. Nous nous sommes limité au cas de l'eau en ébullition pour nous affranchir du paramètre échauffement du liquide.

II.3.1 - *Méthodes expérimentales*

L'étude de l'établissement de la caléfaction ou de l'ébullition nucléée est poursuivie à l'aide de deux méthodes : la détermination du contact électrique et la cinématographie ultrarapide (21).

Nous avons choisi une éprouvette de forme cylindrique dont la base est hémisphérique. L'éprouvette a une hauteur de 14 mm et un diamètre de 8 mm, sa partie hémisphérique permet une pénétration moins brutale dans l'eau de trempe. En effet, la surface de l'eau étant horizontale, une éprouvette à base plate provoque une agitation de l'eau. D'une part, le mode de vaporisation peut se trouver modifié lors du contact, d'autre part, il peut y avoir des projections de gouttelettes d'eau qui provoquent un contact électrique

parasite qui n'est pas représentatif du mouillage susceptible de se produire lors de l'établissement de la caléfaction ou de l'ébullition nucléée.

Pour les expériences d'établissement du contact électrique, la surface de l'éprouvette est entièrement conductrice. L'éprouvette est donc seulement semi-immersée dans l'eau puisque le fil d'amenée du courant, soudé sur sa face supérieure, ne peut être isolé électriquement du liquide.

L'emploi de la cinématographie ultrarapide permet de visualiser les phénomènes et complète ainsi la méthode du contact électrique. Pour les prises de vues, la caméra est inclinée vers le haut de 15° par rapport à l'horizontale et on filme la prise de contact entre l'éprouvette et l'eau par en dessous. Dans ce cas, malgré la réflexion totale causée par la surface de l'eau, on voit les premiers instants du contact, alors qu'une visée horizontale ne permettrait pas de voir l'éprouvette car elle n'est visible qu'une fois qu'elle a franchi la surface de l'eau.

Nous utilisons dans ces expériences le système de synchronisation que nous avons décrit au chapitre I. Dans ces conditions la vitesse de prise de vues est de 6 000 images/seconde au moment de la prise de contact.

II. 3. 2 - Caléfaction

Lorsque l'on trempe une éprouvette métallique dans l'eau à 100°C depuis une température initiale telle que la température

de contact θ_{ci} soit supérieure à $L_s = 200^\circ \text{C}$, le mode de vaporisation du liquide est la caléfaction.

Deux cas peuvent se produire : ou bien le liquide vient mouiller la surface de l'éprouvette, puis se vaporise en créant la couche de vapeur, ou bien le liquide ne mouille pas la surface métallique et alors il faut admettre que la couche de vapeur se forme avant même que l'éprouvette ne pénétre dans l'eau. En effet, s'il n'y a pas mouillage de la surface, c'est que l'eau est "repoussée" au fur et à mesure que l'éprouvette descend.

La seule énergie fournie par l'éprouvette, capable de créer une couche de vapeur avant son entrée effective dans l'eau, est l'énergie rayonnante émise par sa surface.

Les essais de contact électrique permettent de distinguer facilement s'il y a ou non mouillage, comme le montre la figure 12, qui représente les variations de la différence de potentiel aux bornes de la résistance placée dans le circuit en fonction du temps. La courbe 1 correspond à l'absence de mouillage de la surface métallique, la courbe 2 montre le pic qui correspond au mouillage.

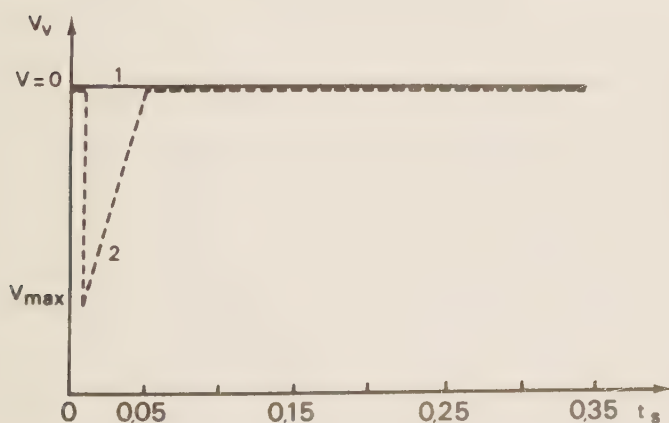


Figure 12

Enregistrement, en fonction du temps, des variations aux bornes d'une résistance montée en série dans le circuit de la cellule à électrolyse, montrant (1) l'absence de mouillage de la surface (2) un bref mouillage à l'instant initial.

Cette méthode est très sûre car nous avons remarqué qu'au cours d'une caléfaction établie, on n'observe le passage d'aucun courant entre l'éprouvette et le liquide : la gaine de vapeur qui entoure l'éprouvette l'isole du reste du liquide. Cette constatation a été faite aussi par BRADFIELD (22) qui signale qu'il faudrait des champs électriques très intenses, environ 2.10^6 V/m pour obtenir le passage d'un arc dans une couche de vapeur de $30\text{ }\mu\text{m}$ d'épaisseur.

Compte tenu de la différence de potentiel de l'ordre de 4 V que nous imposons aux bornes de la cellule d'électrolyse, nous ne risquons pas d'enregistrer un contact électrique qui serait dû au claquage du diélectrique que constitue la vapeur d'eau.

Pour ces expériences, nous avons utilisé une éprouvette en nickel recouverte d'oxyde NiO et une éprouvette d'argent.

II.3.2.1 - Eprouvette en nickel

Dans ce cas nous n'avons jamais observé de contact direct entre l'éprouvette et l'eau à l'instant initial de la tempe, même pour une température initiale de trempe supérieure seulement de quelques degrés à $T_s = 230^\circ\text{C}$ qui est la température minimale nécessaire dans le cas de l'oxyde de nickel pour obtenir de la caléfaction dans l'eau à 100°C .

Les résultats expérimentaux montrent que l'énergie rayonnante émise par la surface de l'éprouvette est toujours suffisante pour provoquer la vaporisation de l'eau à l'instant initial de la

trempe et éviter tout contact entre le métal et le liquide.

II.3.2.2 - Eprouvette en argent

Pour une surface d'argent présentant un poli spéculaire, le facteur total d'émission est très faible ($\epsilon = 0,03$). Dans ce cas, on observe les deux situations possibles à l'instant initial de la trempe, lorsque le mode de vaporisation est la caléfaction.

Il existe un domaine de températures dans lequel l'eau vient d'abord mouiller la surface métallique avant que ne s'établisse la couche de caléfaction. Ce domaine s'étend de la température initiale de trempe minimale T_i nécessaire à l'établissement de la caléfaction, c'est-à-dire 210°C , jusqu'à 300°C . Pour une température initiale de trempe supérieure à 300°C , on n'observe plus de contact entre l'éprouvette et l'eau.

La durée du mouillage, déterminée par l'enregistrement du contact électrique est de $4/100 \text{ s}$ environ. L'enregistreur permet d'apprécier le $1/100 \text{ s}$. Compte tenu de l'épaisseur de la trace du spot nous estimons la précision de notre mesure à $2/100 \text{ s}$.

Ces résultats sont confirmés par la cinématographie ultra-rapide, qui permet une observation directe des phénomènes. L'interprétation des films est difficile car les phénomènes réels ne sont pas aussi nets que ne le laisserait prévoir l'image que nous nous en faisons. Lors du premier contact par exemple, on n'observe pas un mouillage total avant que la couche de vapeur ne se forme. Le déroulement du processus est assez confus.

Nous avons travaillé par comparaison, c'est-à-dire que tout d'abord nous avons filmé la mise en contact d'une éprouvette d'argent ou de nickel prise à la température ambiante avec de l'eau portée à ébullition. Ce film nous sert de référence pour le dépouillement de ceux sur lesquels est enregistrée la prise de contact entre l'éprouvette et l'eau quand il y a caléfaction.

L'ensemble des films tournés pour interpréter le phénomène de prise de contact entre l'éprouvette et l'eau lorsque le mode de vaporisation qui s'instaure est la caléfaction représente 35 000 images. Parmi celles-ci nous en avons examiné 12 500 et retenu 300 après analyse. Ces 300 images sont nécessaires pour comprendre soit le mouillage préalable de la surface métallique avant que le film de vapeur ne se forme, soit l'absence de mouillage.

Etant donné, d'une part le nombre trop important des photos qu'il faudrait reproduire pour rendre compte des phénomènes et, d'autre part, la mauvaise définition des images qui apparaît lors de l'agrandissement des films 16 mm, nous préférons ne pas les faire figurer dans notre mémoire.

II.3.2.3 - Interprétation et discussion des résultats

La densité de flux de chaleur échangé par rayonnement entre deux plans parallèles, dont la surface est grande par rapport à la distance qui les sépare s'écrit :

$$\frac{\Phi}{S} = \sigma (T_1^4 - T_2^4) \frac{1}{\frac{1}{\epsilon_1} + \frac{1}{\epsilon_2} - 1}$$

T_1 et T_2 étant les températures absolues respectives des deux plans

ε_1 et ε_2 leur facteur total d'émission

$\sigma = 5,73 \cdot 10^{-8} \text{ W/m}^2 (\text{°K})^4$ est la constante de Stefan-Boltzmann.

Dans le cas qui nous intéresse, il s'agit de chaleur échangée par rayonnement entre une surface métallique et l'eau bouillante. Puisque la température de la surface métallique ne dépasse pas 300°C , le facteur total d'émission de l'eau peut être considéré comme voisin de 1 et la relation peut s'écrire après simplification :

$$\frac{\Phi}{S} = \varepsilon_1 (T_1^4 - T_2^4)$$

Comme l'énergie rayonnante émise par la surface de l'éprouvette est fonction de la quatrième puissance de la température absolue, plus la température est élevée, plus l'énergie rayonnante est grande, ce qui explique qu'à haute température le rayonnement est suffisant quelle que soit la valeur du facteur total d'émission ε , pour empêcher le mouillage de la surface de l'éprouvette, avant l'instauration de la caléfaction.

Les expériences ont été réalisées dans l'eau portée à l'ébullition car, dans ces conditions la caléfaction s'instaure sans que la température initiale soit supérieure à 300°C pour l'oxyde de nickel et l'argent. Les flux transmis par rayonnement ne sont donc pas très importants par rapport à ceux que transmet habituellement la caléfaction. Le tableau II.D représente les valeurs, à différentes températures, de ces flux ramenés à une surface unitaire pour l'oxyde de nickel et l'argent.

θ_s °K	$\varepsilon = 0,6$	$\varepsilon = 0,03$	$\frac{\Phi}{s}$ caléfaction W/m ²
	$\frac{\Phi}{s}$ NiO calculé W/m ²	$\frac{\Phi}{s}$ Ag calculé W/m ²	
503	I 535	77	27 170
523	I 906	95	31 350
573	3 040	152	41 800
673	6 387	319	62 700
773	II 609	580	83 600

Tableau II.D

Nous remarquons que, pour une même température θ_s de la surface de l'éprouvette, le flux émis dans le cas d'une surface de NiO est vingt fois plus important que celui qu'émet une surface d'argent.

L'enregistrement cinématographique montre que, dans le cas de l'argent, il n'y a pas de mouillage de la surface lorsque la température de l'éprouvette est supérieure à 300° C, ce qui correspond à un flux rayonnant de 152 W/m², si l'on prend pour ε la valeur 0,03.

Puisqu'il n'y a pas contact entre le liquide et la surface métallique avant que la caléfaction ne s'instaure, il faut admettre que ce flux est suffisant pour vaporiser la quantité d'eau nécessaire à l'établissement d'une couche de vapeur isolante bien que très fine. Il est cependant impossible de déterminer sur les photographies l'épaisseur du film de vapeur qui se forme avant la couche de caléfaction.

Si l'on compare, pour une surface de NiO à 250° C, le flux de rayonnement de 1 906 W/m² émis par la surface au flux de 31 350 W/m² qui traverse la couche de vapeur pendant une caléfaction établie dans l'eau bouillante, on trouve une très grande différence. Si la surface présente les propriétés de l'argent, le flux rayonné n'atteint plus que 95 W/m². En fait ces valeurs sont difficilement comparables étant donné que le calcul du flux qui sort de l'éprouvette au cours de la caléfaction est fait à partir de la détermination expérimentale du coefficient de transfert h de la chaleur pendant la caléfaction. Ce coefficient h est un coefficient global qui tient compte de la transmission de la chaleur par rayonnement, par convection et par conduction à travers le film de vapeur. Dans l'eau bouillante, h = 209 W/m² °C pour un cylindre infini. Le flux de chaleur par caléfaction s'écrit :

$$\frac{\Phi}{S} = h (\theta_S - \theta_L)$$

θ_S étant la température superficielle du solide, θ_L la température du liquide.

Nous proposons donc le mécanisme suivant pour décrire le cas où la caléfaction s'établit sans mouillage préalable de la paroi métallique : l'énergie rayonnante émise par la surface de l'éprouvette est suffisante pour provoquer la vaporisation de l'eau avant le contact avec cette dernière. Il se forme une micro couche de caléfaction qui s'épaissit ensuite et qui demeure tant que le flux de chaleur qui sort de l'éprouvette est suffisant pour entretenir le film continu de vapeur.

Les calculs du flux émis par rayonnement de la surface métallique sont des calculs approchés, mais nous pensons qu'ils restent suffisants pour donner un ordre de grandeur. La cause d'erreur la plus importante réside dans le choix des valeurs du facteur total d'émission ϵ . Celles que nous avons choisies sont des valeurs moyennes. Or, dans la littérature on trouve une grande dispersion dans les valeurs possibles. Le facteur total d'émission de l'argent est très variable suivant que la surface est parfaitement polie ou non. Rappelons qu'il peut varier de 0,03 à 0,1. En conséquence, les valeurs des flux pour l'argent sont sans doute plus élevées que celles que nous avons calculées.

Il aurait été souhaitable de faire des expériences avec d'autres métaux afin de faire varier le facteur total d'émission dans un plus large domaine. Nous n'avons pas pu réaliser d'éprouvettes métalliques dont la surface présente un facteur total d'émission compris entre 0,03 et 0,6 puisque la plupart des métaux s'oxydent au chauffage. L'oxyde qui les couvre a un ϵ voisin, en moyenne, de celui du nickel oxydé ou même supérieur. Cela nous permet de penser que l'on aurait dans tous les cas obtenu des résultats identiques à celui de l'oxyde de nickel NiO.

Toutes les expériences ont été faites dans l'eau prise à 100° C. Rappelons que pour que la caléfaction s'instaure au cours d'une trempe dans l'eau prise à $\theta_L < 100^\circ \text{ C}$, il faut une température initiale de trempe élevée ; la loi du rayonnement étant fonction de la puissance quatrième de la température, l'énergie rayonnante de la surface de l'éprouvette croît très vite, donc la possibilité d'observer un mouillage de la surface diminue très

rapidement avec la température de l'eau.

Nous pouvons estimer que, dans la plupart des cas, quelle que soit la température de l'eau, la caléfaction s'instaure sans mouillage préalable de la paroi métallique.

Pour avoir mouillage, il faut en effet d'une part, que le facteur total d'émission de la surface ϵ soit très faible, et, d'autre part, que la température initiale de trempe soit suffisante pour donner lieu à la caléfaction.

II.3.3 - Ebullition nucléée

L'étude de l'instant initial de la trempe dans le cas où le mode de vaporisation de l'eau à l'instant initial est l'ébullition nucléée, montre qu'il faut tremper l'éprouvette depuis une température initiale telle que la température de contact initial θ_{ci} soit inférieure à $L_i = 180^\circ \text{C}$.

Tout comme dans le cas de la caléfaction, nous utilisons la technique de détermination du contact électrique et la cinématographie ultrarapide.

Le contact électrique n'apporte pas de renseignements valables dans le cas de l'ébullition nucléée. En effet, dès l'instant où l'éprouvette entre dans l'eau il y a mouillage de sa surface. Il est donc impossible de déceler une influence du rayonnement. En outre, l'énergie rayonnante émise par la surface de l'éprouvette est faible, étant donné que les températures initiales de trempe sont de l'ordre de 150°C .

La cinématographie permet, en revanche, de décrire les mécanismes de la prise de contact et de définir la durée de l'instant initial.

Dans le cas de l'ébullition nucléée, nous convenons de définir l'instant initial comme l'instant auquel apparaît la première bulle de vapeur. Nous prenons comme instant zéro celui du premier contact entre l'éprouvette et l'eau.

Le tableau II.E rassemble les résultats pour des éprouvettes en nickel et en argent trempées, dans l'eau bouillante, depuis différentes températures initiales. La détermination exacte de l'instant de la naissance de la première bulle de vapeur est difficile d'une part, parce que plusieurs bulles peuvent prendre naissance en différents endroits de la surface en même temps, d'autre part, parce que l'imprécision sur le temps est assez importante.

Nature de la surface	θ_0 °C	Durée de l'instant initial s
Ag	158	10^{-3}
NiO	158	3.10^{-3}
Ag	130	2.10^{-3}
NiO	130	10^{-3}

Tableau II.E

Le temps est mesuré sur le film à partir des tops enregistrés sur celui-ci au cours de la prise de vues. A grande vitesse, ces marques de temps ne sont pas ponctuelles, elles occupent

la largeur d'une image. Il est donc difficile de connaître avec précision la vitesse de déroulement du film. Nous estimons que la vitesse de prise de vues est mesurée à 500 images par seconde près.

La durée de l'instant initial, mesurée en millisecondes, est déterminée en comptant le nombre d'images. Compte tenu de la précision des expériences, nous pouvons estimer que l'instant initial de la trempe, dans le domaine de températures initiales explorées, a une durée de l'ordre de la milliseconde, dans le cas de l'ébullition nucléée.

Lorsque la première bulle de vapeur est apparue, elle est bientôt suivie par un grand nombre d'autres qui prennent naissance tout d'abord sur le fond de l'éprouvette. Un "chapelet" de ces bulles est évacué très rapidement vers le fond du bac de trempe où elles se recondensent au sein du liquide plus froid. Le "chapelet" est évacué environ 2 ou 3 ms après la formation de la première bulle.

Ensuite, toute la surface de l'éprouvette est couverte de bulles de vapeur qui évacuent la chaleur jusqu'au moment où le flux de chaleur qui sort de l'éprouvette n'est plus suffisant. L'éprouvette se refroidit alors par convection naturelle dans le liquide.

II.4 - ESSAI DE DEFINITION DU REGIME INITIAL DE LA TREMPE

BECK (23), dans le cas de la trempe dans un liquide non

vaporisable, à savoir un bain d'étain fondu, a proposé une définition conventionnelle du régime initial de trempe à partir du temps mis pour que la température au centre de l'éprouvette se soit abaissée de 2°C . Ce choix est lié à la sensibilité de la chaîne de mesure utilisée. Suivant le diamètre des éprouvettes, la durée du régime initial est variable car c'est en fait le temps mis pour qu'une variation $\theta_0 - \theta_{ci}$ de la température superficielle θ_s de l'éprouvette soit décelable par le couple thermoélectrique placé au centre géométrique de celle-ci.

Cette définition n'est évidemment applicable que dans le cas d'un métal fondu où le refroidissement est assuré uniquement par convection naturelle. Lors de la trempe dans un liquide vaporisable, le phénomène physique est différent puisqu'il y a changement d'état du liquide. Suivant la valeur de θ_{ci} , le refroidissement de l'éprouvette est assuré d'abord soit par la caléfaction, soit par l'ébullition nucléée.

Nous définirons donc le régime initial de la trempe dans un liquide vaporisable comme le temps nécessaire à l'établissement de l'un ou de l'autre de ces modes de vaporisation.

Pour la caléfaction, c'est donc le temps nécessaire au mouillage de la surface métallique par le liquide. Les cas où il n'y a pas de mouillage de la surface étant les plus fréquents, on admet que le régime initial de la trempe a une durée nulle puisque la couche de caléfaction, grâce au rayonnement, préexiste.

Pour l'ébullition nucléée, l'instant initial correspond au

temps que met à se former la première bulle de vapeur sur la surface de l'éprouvette.

Les expériences de contact électrique et de cinématographie nous ont permis de définir et de mesurer la durée du régime initial de la trempe dans l'eau portée à l'ébullition, ce qui n'avait pu être réalisé antérieurement à cause de la brièveté des phénomènes.

CHAPITRE III

LA CALEFACTION

Au chapitre précédent nous avons étudié la vaporisation du liquide de trempe lors de la prise de contact brusque avec l'éprouvette métallique. Nous avons déterminé, dans les conditions mêmes de la trempe, les températures limites d'existence des différents modes de vaporisation du liquide.

Nous nous intéressons maintenant au mode de vaporisation qui apparaît sur la surface de l'éprouvette lorsqu'on la trempe dans un liquide vaporisable, depuis une température initiale suffisamment élevée pour obtenir un régime de caléfaction bien établi.

L'étude de ce régime présente un grand intérêt pour les métallurgistes qui cherchent à l'éliminer au cours de la trempe des métaux.

III. 1 - *DESCRIPTION ET CARACTERISTIQUES*

DE LA CALEFACTION

Dans notre étude, nous avons toujours utilisé des liquides portés à l'ébullition pour éviter leur échauffement. Cela permet d'opérer le refroidissement du métal en maintenant le liquide en conditions parfaitement isothermes. D'autre part, le régime de caléfaction dure assez longtemps si l'on trempe depuis une température élevée, ce qui en facilite l'étude.

Les éprouvettes de trempe utilisées ici sont des cylindres

en nickel oxydé dont la hauteur est égale à trois fois le diamètre. Elles sont toujours trempées verticalement dans le liquide. La loi de refroidissement obtenue est celle du centre de l'éprouvette, là où est placée la soudure du couple thermoélectrique.

III. 1. 1 - *Description de la caléfaction*

Ce mode de vaporisation est caractérisé par l'existence d'une gaine continue de vapeur qui entoure l'éprouvette et l'isole du reste du liquide. Le transfert de chaleur se fait difficilement à travers cette gaine de vapeur, ce qui explique que le refroidissement soit lent pendant la caléfaction.

L'interface vapeur - liquide n'est pas lisse, ce qui rend difficile l'appréciation de l'épaisseur de la gaine de vapeur. De plus cet interface provoque de nombreuses réflexions de la lumière de telle sorte qu'il est très délicat de déterminer, sur une photographie, la frontière de la surface métallique, donc l'épaisseur exacte de la couche de vapeur. MUNSCH (24) a mesuré cette épaisseur, in situ, à l'aide d'un bac de trempe particulier présentant latéralement deux vis micrométriques qui permettent de s'approcher de l'éprouvette en cours de refroidissement. L'inconvénient du système est que les vis sont susceptibles de modifier l'écoulement de la vapeur, donc l'épaisseur de la couche de caléfaction. Il a néanmoins estimé que l'épaisseur de la couche de vapeur varie entre 0,5 et 1 mm pour une éprouvette en nickel de 16 mm de diamètre, trempée depuis 900° C dans l'eau à 65° C.

D'une manière générale, on peut distinguer pendant la

caléfaction deux périodes de refroidissement de l'éprouvette métallique :

- une période de forte agitation de l'interface vapeur liquide qui existe au début de la trempe donc quand l'écart de température entre la surface métallique et le liquide est important. Pendant cette période de grosses bulles de vapeur s'échappent vers la surface du liquide, provoquant une agitation importante. Dans l'eau bouillante, l'épaisseur de la couche de vapeur peut atteindre 10 mm pour une éprouvette de 16 mm de diamètre trempée depuis 800° C (figure 13).

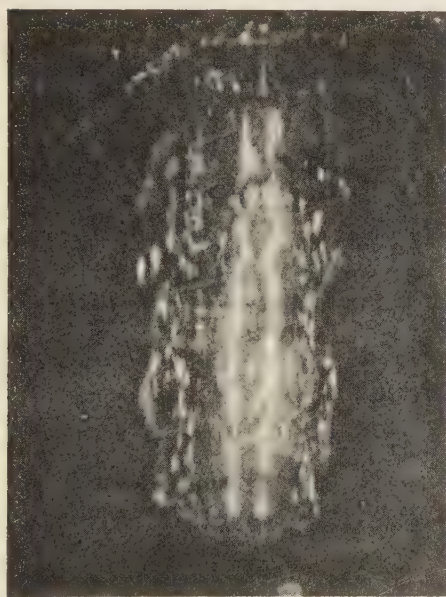


Figure I3

Photographie d'une éprouvette cylindrique en nickel
(D = 16 mm, H = 48 mm)
au début du régime de caléfaction.



Figure I4

Photographie d'une éprouvette cylindrique en nickel
(D = 16 mm, H = 48 mm)
à la fin du régime de caléfaction.

- une période de faible agitation de l'interface vapeur - liquide qui apparaît dès que la caléfaction est terminée sur la tige support de l'éprouvette. L'interface est de moins en moins agitée au fur et à mesure qu'on se rapproche de la transition caléfaction - ébullition nucléée, c'est-à-dire lorsque l'écart de température entre la surface métallique et le liquide diminue. Dans ce cas, l'interface est le siège de rides régulières qui proviennent de la partie inférieure de l'éprouvette. L'épaisseur de la couche de vapeur dans l'eau bouillante est alors inférieure au millimètre (figure 14).

III. 1.2 - Influence de la nature du liquide de trempe

Sur une surface métallique chauffée, la caléfaction peut apparaître dans tous les liquides vaporisables lorsque la condition de température superficielle nécessaire à son instauration est remplie, aussi bien en régime permanent dans une expérience de type NUKIYAMA qu'en régime de trempe.

Nous nous sommes limité ici à l'utilisation de l'eau pure ou additionnée de sels, de liquides organiques purs ou mélangés à l'eau, d'huiles industrielles et de l'azote liquide, liquides dans lesquels au cours de la trempe d'une éprouvette métallique nous sommes certains de voir s'instaurer la caléfaction.

- Eau pure et solutions aqueuses de sels thermiquement stables.

La caléfaction est telle que nous l'avons décrite

précédemment, l'interface vapeur - liquide étant le siège de fluctuations importantes d'épaisseur, qui diminuent d'amplitude quand la température superficielle de l'éprouvette diminue.

Les sels dissous, étant thermiquement stables et non volatils, la gaine de vapeur qui entoure l'éprouvette est constituée de vapeur d'eau (9). Les phénomènes de vaporisation à l'interface sont alors réversibles.

- Solutions aqueuses de sels thermiquement dé-
composables.

Dans ce cas, il n'y a plus équilibre entre la vapeur formée et le liquide. Les gaz libérés par décomposition du sel en solution s'accumulent dans la gaine de caléfaction qui est plus épaisse. Le régime de caléfaction dure plus longtemps puisque la gaine de vapeur ne peut pas disparaître entièrement par recondensation (1) (25).

- Liquides organiques purs.

La caléfaction se présente comme dans l'eau pure. La chaleur latente de vaporisation est nettement inférieure à celle de l'eau, ce qui permet d'obtenir des régimes de caléfaction très longs en trempant depuis des températures initiales identiques à celles que requiert l'eau pure.

- Mélanges binaires d'eau et de liquides organiques.

Il n'y a plus identité de composition entre la vapeur et le liquide, sauf pour les mélanges azéotropiques. La caléfaction est identique morphologiquement à celle que l'on observe dans le cas de l'eau pure à haute température. Lorsque l'écart de température entre le métal et le liquide diminue, la gaine de vapeur qui entoure l'éprouvette est très fine et l'interface vapeur - liquide est parfaitement lisse. On ne remarque pas d'instabilités à cet interface. C'est surtout le cas pour les mélanges de polyglycols dans l'eau. Ces solutions qui présentent la propriété de démixtion inverse sont actuellement étudiées par DUMONT de façon approfondie afin de comprendre leur comportement au cours du refroidissement.

- Huiles minérales et industrielles.

De nombreuses huiles de trempe sont utilisées dans l'industrie. On rencontre, là aussi, le phénomène de caléfaction. Comme dans le cas des solutions aqueuses de produits organiques, on retrouve un interface vapeur - liquide très lisse et quasiment immobile. La décomposition de certains produits contenus dans les huiles et la viscosité de celles-ci jouent un rôle important, comme l'a montré DUMONT.

- Azote liquide.

C'est en trempant dans ce liquide que l'on rencontre les caléfactions les plus longues, même en partant de la température ambiante. Il faudrait pouvoir tremper depuis des températures

inférieures à 0° C pour diminuer la durée de la caléfaction.

Il est difficile de connaître la morphologie de la gaine d'azote gazeux étant donné que la trempe est effectuée dans un vase Dewar à travers lequel l'observation est délicate à cause des doubles parois de verre et de la condensation.

III. 1.3 - *Coefficient de transfert de chaleur pendant la caléfaction*

Nous nous plaçons dans le cas de la trempe dans l'eau bouillante d'une éprouvette cylindrique en nickel de 16 mm de diamètre et de 48 mm de hauteur.

Pendant la caléfaction, il est possible de déterminer le coefficient h de passage de la chaleur à partir de la courbe de refroidissement du centre de l'éprouvette.

La loi de Newton s'écrit :

$$\Phi = -h S (\theta_s - \theta_L) = \frac{dq}{dt}$$

Φ est le flux de chaleur, S la surface de l'éprouvette, θ_s la température superficielle de l'éprouvette, θ_L la température du liquide et q la quantité de chaleur échangée.

$$\text{D'autre part on a : } \Phi = \frac{dq}{dt} = - mc \frac{d\theta}{dt}$$

m étant la masse de l'éprouvette et c sa chaleur massique.

$$\text{D'où : } mc \cdot \frac{d\theta}{dt} = h S (\theta_s - \theta_L) = h S \cdot \Delta \theta$$

en posant $\theta_s - \theta_L = \Delta \theta$

Par intégration entre 0 et t il vient :

$$\frac{h S}{mc} t = \text{Log } \Delta \theta + \text{cte}$$

Si l'on porte $\text{Log } \Delta \theta$ en fonction du temps, on obtient une courbe dont la pente permet de déterminer h :

$$h = \frac{mc}{S} \text{ pente}$$

Si la courbe obtenue est une droite, le refroidissement obéit à la loi de Newton et la courbe de refroidissement est une exponentielle.

BECK (2) a montré que l'écart de température entre le centre et la surface de l'éprouvette est faible et pratiquement constant pendant la caléfaction, quelle que soit la température initiale de trempe. Donc le fait de prendre la température au centre de l'éprouvette θ_c au lieu de la température superficielle θ_s n'introduit pas une erreur importante dans la détermination de h.

Durant le régime de caléfaction la courbe $\text{Log } \Delta \theta = f(t)$ est une droite, ce qui prouve que le refroidissement est newtonien. Le coefficient de transfert h est constant et a pour valeur :
 $h = 264 \text{ W.m}^{-2} \cdot \text{C}^{-1}$. Cette valeur est en bon accord avec celle qu'a obtenue CHEVRIER (11) par le calcul.

Le régime de caléfaction est donc caractérisé par un coefficient de transfert de la chaleur constant chaque fois que la vapeur qui entoure l'éprouvette est en équilibre avec le liquide. Dans le cas des huiles minérales ou dans celui des solutions aqueuses de sels thermiquement décomposables, le refroidissement pendant la caléfaction n'est pas newtonien à cause des produits de décomposition du liquide.

Le coefficient de transfert h ainsi déterminé est un coefficient global qui tient compte des différents modes de transfert de la chaleur mis en jeu au cours de la caléfaction.

La chaleur se transmet à travers la couche de vapeur par conduction, par convection puisqu'il existe une différence de température entre la paroi et le liquide et par rayonnement. La part du rayonnement dans le transfert est faible d'après BROMLEY (26) qui estime que l'énergie rayonnante est absorbée dans une faible épaisseur du liquide, produisant ainsi une petite quantité de vapeur qui contribue à accroître l'épaisseur du film de vapeur.

La faible vitesse de refroidissement obtenue pendant la caléfaction s'explique par la faible conductivité de la vapeur d'eau qui limite le transfert de la chaleur.

III.2 - *ETUDE DE L'INTERFACE VAPEUR - LIQUIDE*

Comme nous l'avons décrit dans le paragraphe précédent, l'interface vapeur - liquide n'est pas lisse pendant la caléfaction, sauf dans les cas particuliers de mélanges de produits organiques.

Nous étudions cet interface dans le cas de l'eau bouillante. Dans ce cas, il est le siège d'une agitation importante provoquée par des ondes qui partent du bas de l'éprouvette.

Ces sortes de vagues ont une forte amplitude et se remarquent très bien au cours de la trempe d'une éprouvette cylindrique : la vapeur s'accumule sur le fond plat de l'éprouvette puis s'échappe en remontant le long des parois verticales, provoquant l'agitation de l'interface. Ce phénomène se produit également quand on remplace la face plane inférieure du cylindre par une demi sphère. Nous montrons l'influence de ces vagues sur la stabilité de la couche de vapeur.

III. 2. 1 - Stabilité de la gaine de caléfaction

L'amplitude des vagues étant parfois très forte, surtout au début de la trempe, nous avons essayé de savoir si elles ne provoquent pas de contacts entre le liquide et la surface métallique.

Nous avons utilisé la méthode du contact électrique. Dans ces expériences, toute la surface de l'éprouvette de trempe est rendue conductrice.

Des essais faits avec différents cylindres montrent qu'il n'y a jamais de contact entre le solide et le liquide pendant la caléfaction dans l'eau bouillante, même lorsque l'interface est très agité. Le solide est parfaitement isolé du liquide par la gaine de vapeur. BRADFIELD (27) a remarqué, en trempant depuis 600° C une sphère de cuivre chromée et bien polie, qu'il est nécessaire

de prendre de l'eau à 80°C pour observer des contacts intermittents entre l'éprouvette et l'eau pendant la caléfaction et ce juste avant la transition caléfaction - ébullition nucléée. Au début de la trempe, il n'observe aucun contact même dans l'eau sous-refroidie.

Pour connaître l'influence des instabilités de l'interface sur le transfert de chaleur, nous envisageons maintenant de les accroître. Nous avons réalisé deux types d'expériences, l'éprouvette de trempe et le liquide étant immobiles dans chaque cas.

- Une première expérience consiste à attacher sous l'éprouvette cylindrique, une éprouvette en forme de "goutte", par une petite tige de 5 mm de longueur et de 2 mm de diamètre et on trempe le tout depuis 800°C dans l'eau bouillante. On obtient une caléfaction stable. La présence de la seconde éprouvette a pour but de créer une couche de vapeur très stable et d'apporter à la couche de vapeur qui entoure le cylindre une quantité supplémentaire de vapeur susceptible de provoquer des instabilités plus grandes à l'interface vapeur - liquide. On remarque qu'effectivement la couche de caléfaction sur l'éprouvette cylindrique est plus épaisse et plus agitée, mais il n'en résulte aucune conséquence pour la loi de refroidissement. La pente de la courbe de refroidissement de l'éprouvette cylindrique seule et celle de l'éprouvette cylindrique à laquelle est attachée l'éprouvette en forme de "goutte" (28) sont absolument identiques.

La même expérience, réalisée avec l'éprouvette inférieure en "goutte", enrobée de l'épaisseur critique de zircone n'a apporté aucune modification de la loi de refroidissement de l'éprouvette

cylindrique, bien que dans ce cas, le refroidissement de l'éprouvette enrobée, crée une quantité importante de vapeur d'eau provoquant, à l'interface vapeur - liquide du cylindre, des instabilités de forte ampleur.

- La deuxième expérience, réalisée par VINEL, consiste à insuffler un gaz dans une couche de caléfaction établie, afin de provoquer un accroissement d'épaisseur de la couche et sa destruction. Le gaz utilisé est l'azote. Il est préchauffé puis insufflé dans la gaine de vapeur par une aiguille hypodermique de faible diamètre (0,6 mm). Cette expérience montre que le gaz ne pénètre pas dans la couche de vapeur. Les bulles de gaz "roulent" sur l'interface vapeur - liquide, bien que l'embouchure de l'aiguille semble être à l'intérieur de la vapeur. Les mêmes essais réalisés en faisant arriver le gaz par l'intérieur de l'éprouvette et en l'insufflant dans la couche de vapeur du côté du solide par un petit trou percé sur la surface de celui-ci, n'ont donné aucun résultat : la couche de caléfaction reste stable et le transfert de chaleur n'est pas modifié.

Ces essais montrent la grande stabilité de la caléfaction et la faible participation des instabilités de l'interface au transfert de chaleur.

Pour modifier le coefficient de transfert de la chaleur pendant la caléfaction, il faut provoquer une agitation importante soit de l'éprouvette, soit du liquide. MUNSCH (24) a montré qu'il est possible d'accroître le transfert de chaleur et de provoquer la destruction anticipée de la couche de caléfaction en faisant circuler

l'eau de trempe le long d'une éprouvette.

III.2.2 - Détermination des paramètres caracté- ristiques de l'interface

L'étude de la caléfaction par cinématographie ultrarapide permet d'atteindre, par analyse des films image par image, des grandeurs inaccessibles par la photographie classique.

La période qui suit l'introduction de l'éprouvette dans l'eau est caractérisée par une grande instabilité de l'interface vapeur - liquide. Il est alors impossible de déterminer ni la forme des ondes qui l'animent, ni leur vitesse de propagation. Les ondes successives se chevauchent, entraînant une grande confusion qui empêche leur caractérisation.

Il faut que le refroidissement soit bien avancé, pour pouvoir analyser correctement les mouvements de l'interface. Au cours de nos expériences, nous avons remarqué que l'analyse devient possible lorsque la température de surface de l'éprouvette est environ à 100° C au dessus de la transition caléfaction - ébullition nucléée qui se produit à 250° C, pour une éprouvette en nickel, trempée dans l'eau bouillante.

C'est dans ces conditions que nous avons pu mesurer la fréquence des vagues qui se propagent à l'interface, leur longueur d'onde et leur vitesse de propagation. Les résultats sont rassemblés dans le tableau III.A. L'écart $\Delta\theta$ entre la température de la surface et celle du liquide est de 200° C. Les vagues prennent

toujours naissance à la base inférieure du cylindre et le phénomène est quasi périodique. La fréquence n'est pas parfaitement constante. C'est pourquoi nous avons fait figurer les valeurs extrêmes des variations dans le tableau.

Diamètre du cylindre mm	Hauteur du cylindre mm	$\Delta \theta$ ° C	Longueur d'onde mm	Fréquence des vagues Hz	Vitesse de propagation m/s
16	48	200	14 à 17	62 à 71	0,87 à 1,20

Tableau III.A

La longueur d'onde est mesurée le long de l'interface en estimant la distance entre deux crêtes de vagues successives. Cette longueur d'onde est pratiquement constante jusqu'au moment de la transition. De la mesure de la longueur d'onde et de la fréquence, nous avons déduit la vitesse de propagation que nous avons également mesurée directement sur les films. Elle est de l'ordre de 1 m/s.

Nous n'avons pas trouvé dans la littérature des résultats d'expériences identiques permettant de confirmer les nôtres. Cependant, dans le cas de la caléfaction obtenue sur un tube vertical plongé dans du méthanol, en régime permanent de transfert de chaleur, HSU et WESTWATER (29) ont mesuré la longueur d'onde, la fréquence et la vitesse de propagation des ondes qui animent l'interface vapeur - liquide. Leurs résultats sont rassemblés dans le tableau III.B. Ils trouvent également une certaine dispersion dans la valeur des différents paramètres.

Diamètre du tube mm	Hauteur du tube mm	$\Delta \theta$ ° C	Longueur d'onde mm	Fréquence des vagues Hz	Vitesse de propagation m/s
10	130	95	2,03 à 38,1	36 à 57	1,18 à 2,15

Tableau III.B
(Hsu et Westwater)

Ces paramètres permettent de caractériser les vagues qui apparaissent à l'interface vapeur - liquide. Nous verrons au chapitre suivant qu'ils sont modifiés par la présence, au voisinage de la caléfaction, d'un régime d'ébullition larvée.

III.2.3 - Nature des vagues de l'interface

Les vagues prennent naissance sur la base inférieure du cylindre. Quand il s'agit d'éprouvettes de formes différentes, par exemple sphère ou bien cylindre dont la face plane inférieure est remplacée par une demi sphère, les vagues se développent également à partir du fond.

Les vagues proviennent donc d'un point privilégié de l'interface vapeur - liquide, là où la vitesse de l'écoulement est nulle : c'est le point d'arrêt de l'écoulement.

BRADFIELD (27) a étudié la naissance de ces vagues au point d'arrêt de l'écoulement autour d'un cylindre à base hémisphérique en régime de caléfaction établie dans de l'eau à 75° C. Les valeurs moyennes de la vitesse de propagation des vagues (0,70 m/s), de la longueur d'onde (15 mm) et de la fréquence

(100 Hz) permettent à cet auteur d'affirmer qu'il s'agit de vagues de capillarité.

Les valeurs que nous trouvons, dans le cas de l'eau bouillante, prouvent qu'il s'agit du même phénomène. D'autre part, les valeurs données par LEVICH (30) concernant les vagues de capillarité qui se développent à la surface d'un liquide confirment l'hypothèse des vagues de capillarité à l'interface vapeur - liquide pendant la caléfaction. Cet auteur (30) indique, dans le cas d'une surface liquide, des longueurs d'onde de 17 mm, mais des fréquences plus faibles : 13,6 Hz. Dans la détermination de ces grandeurs LEVICH suppose qu'il n'y a pas de dissipation visqueuse.

BRADFIELD (27) remarque qu'au voisinage du point d'arrêt, la couche de vapeur subit des variations d'épaisseur. Il les met en évidence en enregistrant les variations de la valeur de la capacité formée par la couche de vapeur. Quand l'interface vapeur liquide s'approche de la surface métallique, les valeurs locales du flux de chaleur et de la pression augmentent, l'interface se "froisse" et les vagues de capillarité ainsi formées s'élèvent à partir du point d'arrêt de l'écoulement.

Nous avons essayé de supprimer la formation de vapeur sur la base du cylindre, soit en enrobant celle-ci d'un dépôt qui lui permet de se refroidir plus vite donc de se trouver en convection naturelle alors que la caléfaction subsiste sur le reste de la surface du cylindre (cf chapitre IV), soit en plaçant presque au contact de la base du cylindre un tube de même diamètre, mais froid, qui repose au fond du bac de trempe. Dans l'un et l'autre cas les

vagues de capillarité subsistent à l'interface, bien qu'il soit difficile dans ces conditions de définir parfaitement un point d'arrêt de l'écoulement. HSU et WESTWATER (29) ont observé le même phénomène bien que le tube chauffant qu'ils utilisaient soit fixé par ses extrémités supérieure et inférieure aux arrivées de courant électrique par des embouts du type baïonnette.

III.3 - *ETUDE THEORIQUE DE LA CALEFACTION*

L'étude expérimentale de la caléfaction nous a permis de définir certains paramètres caractéristiques : coefficient de transfert de la chaleur constant, existence de vagues de capillarité à l'interface vapeur - liquide. Cependant, il est impossible de connaître par l'expérience ni la forme de l'écoulement de la vapeur dans la couche limite, ni les profils de température et de vitesse dans cette couche. On ne peut pas mesurer les grandeurs physiques à l'intérieur de la couche de vapeur qui peuvent apporter des enseignements utiles notamment en ce qui concerne la stabilité de la caléfaction.

De nombreux auteurs ont proposé différents modèles théoriques pour décrire la caléfaction et calculer le transfert de chaleur durant ce mode de vaporisation, à partir de la forme de l'écoulement de la vapeur.

Tous ces modèles donnent pour le transfert de chaleur des résultats assez différents des valeurs mesurées à cause des hypothèses simplificatrices que les auteurs sont obligés de faire pour que les calculs soient accessibles.

D'une manière générale, les modèles proposés sont valables en régime permanent de transfert de chaleur, c'est-à-dire à température de paroi constante et pour un liquide porté à sa température d'ébullition, sous la pression atmosphérique.

Le régime de refroidissement par trempe étant essentiellement variable, pour pouvoir comparer nos résultats à ceux des modèles de régime permanent, nous considérons la caléfaction à un instant donné de la trempe. La vitesse de refroidissement étant faible pendant ce mode de vaporisation, on peut admettre que les caractéristiques de l'écoulement de la vapeur et du transfert de chaleur ne varient pas beaucoup pendant un petit intervalle de temps. D'autre part, nous nous intéressons uniquement aux modèles physiques dans lesquels le liquide est au repos (ébullition en vase).

Des études ont été faites sur la caléfaction dans le cas des surfaces métalliques horizontales et dans celui de surfaces verticales.

III. 3. 1 - Caléfaction sur une paroi horizontale

Nous citerons les travaux de ZUBER (31), BERENSON (32), HOSLER et WESTWATER (33), RUCKENSTEIN (34) qui expliquent, à partir de considérations hydrodynamiques fondées sur les instabilités de TAYLOR (35), le départ quasi périodique de grosses bulles de vapeur pendant la caléfaction. Cet auteur a montré que l'interface séparant deux fluides superposés, est instable parce que celui du dessous a une densité très inférieure à celle du fluide du dessus : il définit une valeur critique de la longueur d'onde au dessus de

laquelle l'interface est toujours instable :

$$l = 2 \pi \sqrt{\frac{\sigma}{\rho_L - \rho_V}}$$

σ étant la tension superficielle,

ρ_L la masse volumique du liquide et ρ_V celle de la vapeur.

A partir de ce modèle hydrodynamique, ces auteurs donnent une expression du coefficient de transfert de la chaleur pendant la caléfaction, dans laquelle intervient toujours un terme constant déterminé par l'expérience et dépendant de celle-ci.

III. 3.2 - Caléfaction sur une paroi verticale

Dans le cas de nos expériences de trempe, les éprouvettes sont le plus souvent des cylindres et la surface d'échange de la chaleur est verticale. Nous nous intéressons donc plus aux modèles qui traitent de la caléfaction sur une surface verticale. Nous allons tout d'abord exposer brièvement les modèles les plus intéressants, afin de préciser les raisons qui nous ont fait choisir plutôt l'un que l'autre.

Ce qui retiendra plus particulièrement notre attention, c'est la partie hydrodynamique des modèles, afin de pouvoir expliquer certains faits que nous avons constaté expérimentalement, notamment la stabilité de la couche de vapeur. Pour étudier ces phénomènes, il est nécessaire de connaître la forme de l'écoulement de la vapeur et la possibilité qu'a une instabilité de s'amplifier ou de s'atténuer à l'interface vapeur - liquide.

III.3.2.1 - Modèle de BROMLEY (26)

Ce modèle est une transposition directe à la caléfaction du modèle de NUSSELT (36), pour la condensation d'une vapeur saturée sur une plaque plane, dans lequel BROMLEY remplace le terme $\rho_v g$ par le terme $g (\rho_L - \rho_v)$. C'est le premier modèle qui ait été proposé pour décrire le transfert de chaleur pendant la caléfaction.

L'interface vapeur - liquide est lisse. Si la surface du métal est parfaitement polie l'écoulement de la vapeur peut être laminaire. La vapeur monte le long de la plaque sous l'action de la poussée d'Archimède.

Les termes de transfert convectif dans la couche limite de vapeur sont négligés. De plus, deux cas sont envisagés suivant que le liquide est immobile ou qu'il se déplace librement avec la vapeur. Dans l'expression du coefficient de transfert, seule la valeur de la constante est affectée par ces deux hypothèses.

BROMLEY (26) a surtout cherché à exprimer le coefficient de transfert de chaleur h pendant la caléfaction. Il s'avère que ce coefficient est inférieur à celui qu'il mesure surtout parce qu'il n'a pas pris en compte l'agitation de l'interface vapeur - liquide.

La relation de BROMLEY reste cependant valable pour décrire la caléfaction sur une faible portion de la surface à la base de la plaque, là où la vitesse d'écoulement est faible.

Le coefficient h de transfert de la chaleur s'exprime :

$$h = c^{te} \left[\frac{\lambda_v^3 \rho_v (\rho_L - \rho_v) g \cdot h'}{H \cdot \mu_v \cdot \Delta \theta} \right]^{1/4}$$

avec

$$h' = h_{LV} \left[1 + \frac{0,4 \Delta \theta C_{pv}}{h_{LV}} \right]$$

λ_v = conductivité de la vapeur saturée

μ_v = viscosité dynamique de la vapeur saturée

C_{pv} = chaleur spécifique de la vapeur saturée

h_{LV} = chaleur latente de vaporisation

H = hauteur de la surface verticale.

III. 3. 2. 2 - Hypothèses de HSU et WESTWATER (29)

Ces auteurs remarquent que la formule de BROMLEY (26) pour le calcul du coefficient h de transfert donne des valeurs beaucoup trop faibles ; expérimentalement, ils mesurent des flux supérieurs de 100 à 300 % à la valeur prévue par BROMLEY. On peut l'expliquer en considérant que les flux mesurés résultent de la composition de deux flux élémentaires correspondant à deux types d'écoulement : laminaire et turbulent, auxquels s'ajoute un flux sur lequel on connaît encore moins de choses, celui qui correspond à la zone de transition.

Par une étude photographique, ils notent que l'interface vapeur - liquide n'est pas lisse, tout comme nous l'avons vu au cours de la trempe. Ceci entraîne que l'hypothèse d'un écoulement laminaire de la vapeur n'est pas valable.

A la partie inférieure de la surface verticale, l'écoulement de la vapeur est laminaire et on peut appliquer la formule de BROMLEY. Ensuite, l'écoulement devient turbulent. HSU et WESTWATER proposent, pour le modèle hydrodynamique, un écoulement dont la sous couche est laminaire et le cœur turbulent. La zone tampon est distribuée entre les zones laminaire et turbulente.

Ils définissent ainsi une hauteur critique au dessus de laquelle l'écoulement est turbulent. Cette hauteur est calculée à partir du nombre critique de Reynolds, définissant la transition entre un écoulement laminaire et un écoulement turbulent. La valeur choisie est $Re = 100$ par analogie avec les valeurs critiques (80 à 120) trouvées lors de la condensation d'une vapeur sur une surface verticale en présence de fortes contraintes de cisaillement.

Expérimentalement, les tubes utilisés ont une hauteur variant entre 50 mm et 200 mm. La caléfaction est étudiée pour l'eau, le méthanol et l'azote liquide. Les valeurs calculées par l'équation établie à partir des hypothèses précédentes diffèrent de celles de l'expérience de $\pm 32 \%$.

Le modèle de HSU et WESTWATER, tout comme celui de BROMLEY, n'apporte aucun renseignement sur la stabilité de la couche de caléfaction. L'hypothèse d'un écoulement turbulent de la vapeur semble un peu excessive. A la suite de nos expériences, nous avons vu que les vagues de l'interface vapeur - liquide sont des vagues de capillarité. On ne peut en conclure que l'écoulement de la vapeur est turbulent. Il peut très bien rester laminaire malgré la présence de ces vagues.

III. 3. 2. 3 - Modèle de GREITZER et ABERNATHY (37).

Ce modèle considère que l'écoulement de la vapeur, bien que laminaire, dépend du temps. Il prend en considération l'existence de vagues à l'interface vapeur - liquide. Il existe donc des parties minces et des parties épaisses dans le film de vapeur. GREITZER admet que presque toute la chaleur passe à travers les régions les plus fines, les parties épaisses servant juste de réservoir à la vapeur qui est créée par le transfert de chaleur dans les sections étroites. La vapeur créée à l'interface est ainsi forcée à travers les parties étroites par le gradient de pression hydrostatique parallèle à la surface chaude et par le déplacement de l'interface par rapport à la paroi.

En combinant les bilans de forces et de masse, GREITZER introduit un coefficient moyen de transfert $\bar{h}$ qui définit l'échange de chaleur dans les parties de faible épaisseur du film de caléfaction qui sont les seules à contribuer au transfert. Il obtient l'expression :

$$\bar{h} = c^{te} \left[\frac{\lambda_v^2 \rho_L h_e g (1 - \rho_v / \rho_L)}{\nu_v \Delta \theta} \right]^{5/14} \left[\frac{h' \mu_v}{L h_e \rho_L [\lambda_v g (1 - \rho_v / \rho_L)]^{1/2}} \right]^{1/7}$$

avec : $h' = h_{LV} + Cp \frac{\Delta \theta}{2}$

$$h_e = h_{LV} \left[1 + 0,98 \frac{Cp \cdot \Delta \theta}{h_{LV}} + 0,045 \left(\frac{Cp \Delta \theta}{h_{LV}} \right)^2 \right]$$

h_{LV} : chaleur latente de vaporisation du liquide

h' : chaleur latente de vaporisation tenant compte d'une surchauffe de la vapeur dans les parties épaisses de la couche

h_e : chaleur latente de vaporisation effective

ν_v : viscosité cinématique de la vapeur.

GREITZER (37) a réalisé ses expériences dans le méthanol, l'azote et l'argon liquides, sur des tubes chauffés, en régime permanent. Les dimensions des tubes varient entre 10 et 25 mm pour le diamètre, 75 et 150 mm pour la hauteur. A la suite de ces expériences, il donne la valeur moyenne de 0,86 pour la constante sans dimensions qui intervient dans l'expression du coefficient de transfert.

La valeur de la constante varie, suivant les expériences, de $\pm 15\%$, ce qui donne une idée de la validité du modèle.

Le modèle de GREITZER donne des résultats voisins de ceux de HSU et WESTWATER qui proposent un modèle de caléfaction dans lequel l'écoulement de la vapeur est turbulent.

III. 3. 2. 4 - Modèle de KOH (38)

Dans les modèles précédemment décrits, les auteurs supposent dans la plupart des cas que la force d'inertie de la vapeur est négligeable, que le profil de température est linéaire et que la vitesse de la vapeur est nulle à l'interface vapeur - liquide.

KOH (38) résoud complètement le problème de la caléfaction sur une paroi verticale en convection naturelle à partir de la théorie de la couche limite laminaire. Il traite le problème en considérant les équations de la couche limite, à la fois, pour la vapeur

et pour le liquide. La vapeur s'élevant verticalement le long de la plaque entraîne une partie du liquide, créant ainsi une couche limite liquide : la vitesse du liquide au loin est évidemment nulle. KOH traite également le cas où la vitesse de l'écoulement est nulle à l'interface vapeur - liquide, ce qui apporte une certaine simplification dans les calculs.

Le modèle physique avec ses coordonnées est représenté sur la figure 15. On suppose que la plaque verticale est isotherme et qu'elle est suspendue dans un large volume de liquide pris à sa température d'ébullition. La vitesse du liquide adjacent à l'interface est la même que celle de la vapeur. Il existe simultanément une couche limite liquide et une couche limite vapeur.

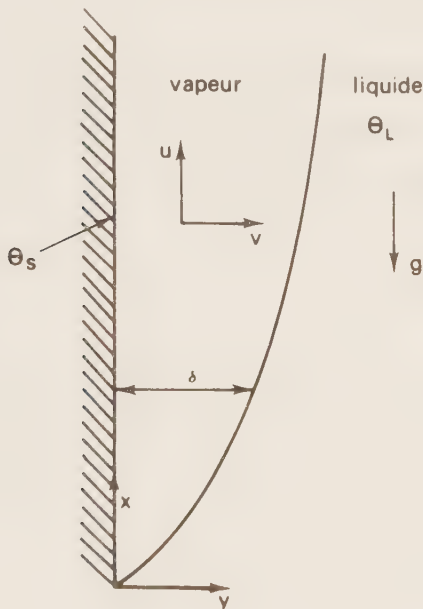


Figure I5

Modèle physique avec ses coordonnées.

Les équations de conservation pour la vapeur s'écrivent :

$$\text{continuité : } \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{\partial v}{\partial y} = 0$$

$$\text{moment : } u \frac{\partial u}{\partial x} + v \frac{\partial u}{\partial y} = \nu_V \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} + g \frac{\rho_L - \rho_V}{\rho_V}$$

$$\text{énergie : } u \frac{\partial \theta}{\partial x} + v \frac{\partial \theta}{\partial y} = \frac{\lambda_V}{\rho_V C p_V} \frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2}$$

La variation des propriétés physiques de la vapeur avec la température est négligée dans l'équation de moment ainsi que le terme de dissipation visqueuse dans l'équation d'énergie, à cause de sa faible valeur. La conduction en x est également négligée devant celle en y :

$$\frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} \ll \frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2}$$

Pour la couche limite liquide les équations s'écrivent :

$$\text{continuité : } \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{\partial v}{\partial y} = 0$$

$$\text{moment : } u \frac{\partial u}{\partial x} + v \frac{\partial u}{\partial y} = \nu_L \frac{\partial^2 u}{\partial y^2}$$

Les conditions aux limites sont :

• pour $y = 0$ (phase vapeur)

$$\begin{cases} u = 0 \\ v = 0 \\ \theta = \theta_s \end{cases}$$

• pour $y = \delta$ (interface vapeur - liquide)

$$- u_V = u_L$$

$$\left(\mu \frac{\partial u}{\partial y} \right)_V = \left(\mu \frac{\partial u}{\partial y} \right)_L$$

$$\left(\rho u \frac{d\delta}{dx} - \rho v \right)_V = \left(\rho u \frac{d\delta}{dx} - \rho v \right)_L$$

$$\theta = \theta_L$$

• lorsque $y \rightarrow \infty$ (phase liquide), $u \rightarrow 0$

Posons pour la vapeur et le liquide :

$$u = \frac{\partial \psi}{\partial y} \quad \text{et} \quad v = -\frac{\partial \psi}{\partial x}$$

$$\text{avec} \quad \psi = 4 \nu c x^{3/4} \xi(\eta)$$

$$\text{où} \quad \eta = \frac{cy}{x^{1/4}} \quad \text{et} \quad c = \left[\frac{g}{4 \nu^2} \cdot \frac{\rho_L - \rho_V}{\rho_V} \right]^{1/4}$$

$$\theta^*(\eta) = \frac{\theta - \theta_L}{\theta_S - \theta_L} \quad \text{température réduite (rapport adimensionnel)}$$

Les composantes de la vitesse s'écrivent alors :

$$u = 4 \nu c^2 x^{1/2} \xi'$$

$$v = c \nu x^{-1/4} [\eta \xi' - 3 \xi]$$

On obtient alors pour la vapeur les équations différentielles suivantes :

$$\text{moment :} \quad \xi''' + 3 \xi \xi'' - 2 \xi'^2 + 1 = 0 \quad (\text{I})$$

$$\text{énergie :} \quad \theta^{*''} + 3 \text{Pr} \xi \theta^{*'} = 0 \quad (\text{II})$$

$$\text{avec} \quad \text{Pr} = \frac{\mu_V \text{Cp}_V}{\lambda_V} \quad \text{nombre de Prandtl}$$

et pour le liquide :

$$\text{moment :} \quad \xi''' + 3 \xi \xi'' - 2 \xi'^2 = 0 \quad (\text{III})$$

A la suite du changement de variable, les conditions aux limites deviennent :

pour les équations de moment (I) et (III) :

$$\eta_v = 0 \text{ (à la paroi) d'où } \xi_v = \xi'_v = 0$$

$$\eta_v = (\eta_L)_\delta$$

ou $\eta_L = 0$ (à l'interface vapeur - liquide) par convention,

d'où les valeurs de ξ à l'interface (l'indice i désignant l'interface)

$$\xi_{Li} = \left[\frac{(\rho\mu)_v}{(\rho\mu)_L} \right]^{1/2} \cdot \xi_{vi}$$

$$\xi'_{Li} = \xi'_{vi}$$

$$\xi'''_{Li} = \left[\frac{(\rho\mu)_v}{(\rho\mu)_L} \right]^{1/2} \cdot \xi'''_{vi}$$

quand $\eta_L \rightarrow \infty$ (phase liquide) $\xi'_L = 0$

pour l'équation de l'énergie (II) :

$$\eta_v = 0 \quad \theta^* = 1$$

$$\eta_v = (\eta_v)_\delta \quad \theta^* = 0$$

Les profils de température et de vitesse dans la couche de vapeur dépendent des équations (I) (II) (III) et des conditions aux limites correspondantes.

KOH a résolu ces équations complètement et dans le cas simplifié où l'on considère la vitesse du liquide u_L nulle à l'interface vapeur - liquide, pour des nombres de Prandtl $Pr = 0,5$ et 1

et $\left[\frac{(\rho u)_V}{(\rho u)_L} \right]^{1/2} = 0,1 ; 0,01 ; 0,001$ avec $\frac{Cp_V \cdot \Delta \theta}{h_{LV} \cdot Pr}$ variant de 1 à 10.

Les profils de vitesse, dans les deux cas, ne présentent pas de point d'inflexion, ce qui indique une grande stabilité de la couche de caléfaction. Le calcul de KOH confirme qu'une instabilité a peu de chances de déstabiliser la couche de vapeur et de provoquer sa destruction.

III. 3. 3 - Discussion et approfondissement du modèle de KOH

Après étude des différents modèles de caléfaction, nous voyons que c'est celui de KOH qui traite le problème le plus complètement. Il permet de connaître le profil de vitesse dans la couche de caléfaction.

Cependant, KOH néglige les variations des propriétés physiques de la vapeur dans la couche. Nous avons donc repris le calcul sans faire aucune simplification, si ce n'est celle de considérer la vitesse comme nulle à l'interface vapeur - liquide, ce qui d'après KOH ne modifie pas le profil de vitesse mais donne une valeur trop faible du transfert de chaleur.

En conservant les mêmes notations, l'équation de moment pour la couche limite de vapeur s'écrit :

$$u \frac{\partial u}{\partial x} + v \frac{\partial u}{\partial y} = \nu_V \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} + g \frac{(\theta_S - \theta_L)}{\theta_L} \cdot \theta^* + g \left(\frac{\rho_L - \rho_V}{\rho_V} \right)$$

Ce qui donne, après changement de variable, l'équation différentielle :

$$\xi''' + 3 \xi \xi'' - 2 \xi'^2 + \frac{(\theta_s - \theta_L)}{\theta_L} \cdot \frac{\rho_V}{\rho_L - \rho_V} \cdot \theta^* + 1 = 0$$

Cela revient à ajouter à l'équation de moment (I) le terme :

$$A \theta^* \quad \text{avec } A = \frac{\theta_s - \theta_L}{\theta_L} \cdot \frac{\rho_V}{\rho_L - \rho_V}$$

Les conditions aux limites sont les mêmes qu'au paragraphe (III.3.2.4) et il faut résoudre le système d'équations différentielles :

$$\begin{cases} \xi''' + 3 \xi \xi'' - 2 \xi'^2 + A \cdot \theta^* + 1 = 0 \\ \theta^{*''} + 3 \text{Pr} \cdot \xi \cdot \theta^{*'} = 0 \end{cases}$$

Ce système d'équations est résolu numériquement sur ordinateur. On utilise la méthode de RUNGE-KUTTA. Cependant, cette méthode exige de connaître les valeurs initiales à l'origine alors que dans le problème considéré certaines sont données à l'infini.

Nous avons tourné la difficulté en utilisant la méthode du tir qui consiste à prendre des valeurs arbitraires à l'origine puis à regarder si les conditions à l'infini sont satisfaites. Si elles ne le sont pas, on calcule de nouvelles valeurs par la méthode d'approximation linéaire de Newton.

Nous avons choisi les valeurs de tir d'après les courbes de KOH, ce qui nous a facilité le travail.

Le pas utilisé dans la méthode de RUNGE-KUTTA est de 0,025 et l'infini est pour $\eta = 2$. On obtient ainsi la convergence assez rapidement.

Les résultats, pour le profil de vitesse, s'expriment par une courbe $\xi' = f(\eta)$.

Le calcul a été fait pour une plaque portée à 300°C , sur laquelle se développe une caléfaction dans l'eau à 100°C . La courbe de la figure 16 donne l'allure du profil de vitesse dans ce cas et celle de la figure 17, le profil de température. Nous remarquons d'une part, qu'il n'existe aucun point d'inflexion dans le profil de vitesse et, d'autre part, en comparant avec les résultats du calcul dans le cas où on néglige la variation des propriétés physiques de la vapeur, nous ne notons aucune différence dans l'allure des profils. La simplification de KOH est donc légitime.

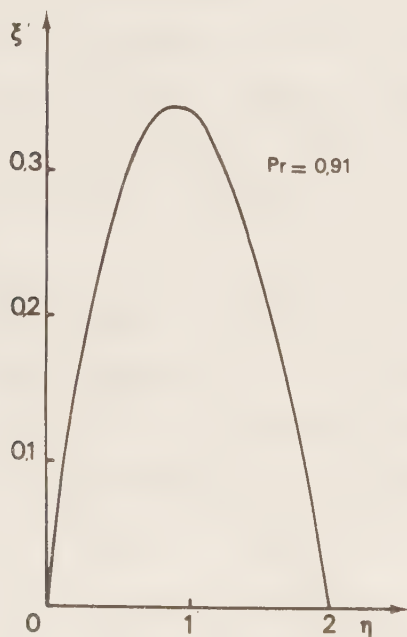


Figure I6

Profil de vitesse

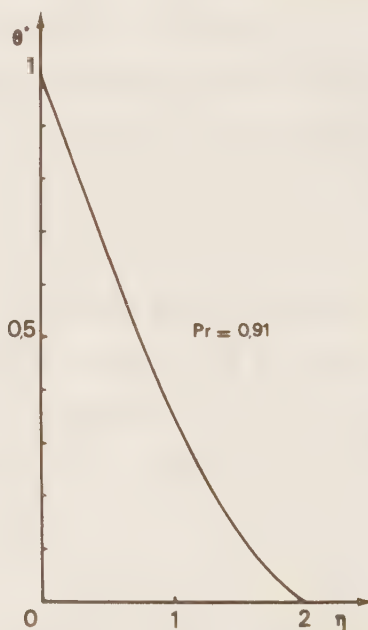


Figure I7

Profil de température

L'ensemble de ces résultats montre, bien que les calculs aient été faits dans le cas du régime permanent de transfert de chaleur, la stabilité de la couche de caléfaction liée au profil de vitesse dans cette couche. En effet, on sait d'après le théorème de RAYLEIGH (39) que les profils de vitesse présentant un point d'inflexion sont instables. Ceci explique que les vagues de capillarité qui se développent à l'interface vapeur - liquide ne peuvent avoir aucune influence sur la stabilité de la couche. De même, une perturbation extérieure ne modifie pas l'écoulement de la vapeur en convection naturelle. Nous pouvons pratiquement admettre en accord avec GREITZER (37) que tout le transfert de chaleur se fait dans les parties fines de la couche de caléfaction, les surépaisseurs créées par les vagues de capillarité n'étant que des "accidents" aléatoires de l'interface.

En résumé, nous dirons que l'écoulement de la vapeur pendant la caléfaction est laminaire. Seul l'interface est perturbé par l'existence de vagues de capillarité.

Dans le chapitre suivant, nous allons montrer quels procédés il faut employer pour déstabiliser la caléfaction.

CHAPITRE IV

MODE DE VAPORISATION AVEC MOUILLAGE

PARTIEL DE LA SURFACE D' ECHANGE

L'étude de la caléfaction a montré qu'il n'y a pas mouillage de la surface métallique par le liquide au cours du refroidissement. La vitesse de refroidissement d'une éprouvette en caléfaction est faible, ce qui sur le plan métallurgique est gênant puisque, d'une manière générale, on recherche toujours des lois de refroidissement rapides.

Pour augmenter la densité de flux de chaleur qui sort de l'éprouvette au cours de son refroidissement dans un liquide vaporisable, il faut que le liquide vienne mouiller la surface solide, ce qui est le cas, par exemple en ébullition nucléée.

D'autre part, la transition caléfaction - ébullition nucléée produit un choc thermique important responsable en partie des déformations et des tapures de trempe.

Il faut donc éviter la transition entre la caléfaction et l'ébullition nucléée et trouver un moyen de refroidissement plus efficace que la caléfaction lorsque l'on ne peut éviter celle-ci au cours de la trempe.

Nous avons vu qu'en enrobant une pièce métallique d'un dépôt mince de faible effusivité, il est possible de tremper depuis une température plus élevée sans avoir de caléfaction. BECK (5) a montré qu'avec cette technique, des pièces en acier peuvent être trempées sans déformations ni tapures alors que dans des conditions normales ce serait impossible. Par cette technique, on accroît le

domaine d'existence de l'ébullition nucléée. Mais la condition d'effusivité est très sévère et il n'est pas toujours possible de trouver des substances dont l'effusivité soit suffisamment faible pour permettre la trempe sans caléfaction depuis une température initiale élevée. Dans ce cas, on enrobe les pièces métalliques d'un dépôt de faible conductivité thermique qui intervient alors, non seulement par son effusivité, mais aussi, par sa résistance thermique. Le refroidissement est alors assuré par un mode de vaporisation particulier que l'on retrouve aussi lors de la trempe dans les solutions salines. Nous l'appelons ébullition larvée (4).

IV.1 - *OBSERVATION ET CONDITIONS D'EXISTENCE DE* ----- *L'EBULLITION LARVEE* -----

Le régime d'ébullition larvée apparaît soit au cours du refroidissement dans une solution saline (4), soit lorsque l'éprouvette a été préalablement enrobée d'un dépôt de faible effusivité, comme l'a montré CHEVRIER (40) dans le cas de la trempe dans l'azote liquide.

IV.1.1 - *Cas des solutions salines*

Lorsque l'on trempe une éprouvette en nickel depuis $\theta_0 = 700^\circ \text{C}$ dans une solution à 10 % de NaCl portée à sa température d'ébullition et que l'on compare la loi de refroidissement à celle que l'on obtient dans les mêmes conditions dans le cas de l'eau pure, on constate que la présence du soluté modifie sensiblement la loi de refroidissement (figure 18).

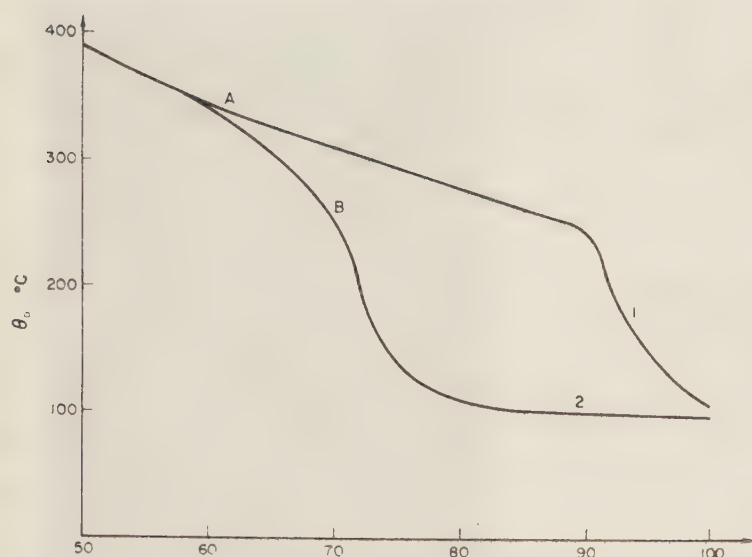


Figure 18

Lois de refroidissement au centre d'une éprouvette cylindrique en nickel ($D=16$ mm, $H=48$ mm)

- (1) trempe depuis $\theta_0 = 700^\circ \text{C}$ dans l'eau à 100°C
- (2) trempe depuis $\theta_0 = 700^\circ \text{C}$ dans une solution aqueuse à 10 % de NaCl à 101°C

(la loi de refroidissement entre 700°C et 390°C n'a pas été transcrite).

Le refroidissement débute par un régime de caléfaction. Le coefficient de transfert de chaleur h est alors le même dans le cas de l'eau pure et dans celui de la solution de chlorure de sodium : $h = 264$ (M K S). Le sel étant stable thermiquement dans les conditions de l'expérience, il est normal que ce coefficient h soit le même étant donné que dans les deux cas le transfert de la chaleur se fait à travers un film de vapeur d'eau qui entoure l'éprouvette.

Cependant, on peut noter que, pour une même éprouvette, la durée de la caléfaction est beaucoup plus courte dans le cas de la trempe dans l'eau salée que dans celui de la trempe à l'eau pure. La durée de la caléfaction est réduite de 30 secondes au cours du refroidissement d'une éprouvette en nickel de 16 mm de diamètre et de 48 mm de hauteur, dans une solution à 10 % de NaCl portée à ébullition. La transition caléfaction - ébullition se produit donc à une température plus élevée.

On observe en effet l'existence d'un nouveau régime de vaporisation qui se situe entre la caléfaction et l'ébullition nucléée. Il est représenté par la portion AB de la courbe de refroidissement (figure 18).

- Description

L'examen à l'œil nu et la photographie (figure 19) de l'éprouvette au cours du refroidissement de trempe, montrent qu'à la fin de la caléfaction la surface de l'éprouvette est couverte d'un film mince continu de sel qui se conserve lorsqu'on la retire brusquement du bain. L'épaisseur de cette couche peut varier de 10 à 70 μm . Quand elle apparaît, l'ébullition nucléée détruit cette couche de sel qui se redissout au sein de la solution. La cinématographie ultrarapide permet de décrire ce mode de vaporisation. Il se rattache d'une part à l'ébullition nucléée parce que des bulles de vapeur se forment mais ne quittent pas la surface, d'autre part, à la caléfaction parce que l'éprouvette est entourée d'une couche de vapeur. Cette couche, irrégulière, est animée de pulsations périodiques qui affectent son épaisseur.

- Caractéristiques du régime d'ébullition larvée

Deux faits expérimentaux sont remarquables : d'une part ce régime apparaît à la fin de la caléfaction, d'autre part, une couche uniforme de sel se dépose sur la surface de l'éprouvette.

Pendant le régime de caléfaction, une masse d'eau appréciable se vaporise, provoquant une augmentation de la concentration



Figure 19

Photographie d'une éprouvette au cours du régime d'ébullition larvée dans une solution saline.

de la solution au voisinage de l'éprouvette. La saturation est atteinte à l'interface vapeur - liquide. Des cristaux de sel apparaissent, puis viennent en contact avec l'éprouvette et se déposent sur sa surface.

Après avoir retiré, au cours du régime d'ébullition larvée, l'éprouvette enrobée de sel, nous l'avons trempée à nouveau, depuis la température $\theta_0 = 700^\circ \text{C}$ dans l'eau pure bouillante. Nous obtenons ainsi la loi de refroidissement 2 de la figure 20 qui montre clairement l'existence du régime d'ébullition larvée. La pente pendant la caléfaction n'est pas affectée par la présence de la couche de sel. Le régime d'ébullition larvée apparaît plus tôt parce que la couche de sel préexiste. Donc, l'ébullition larvée est due à la seule présence, sur l'éprouvette, d'une couche de sel. Cette couche crée une résistance thermique entre le solide et le liquide.

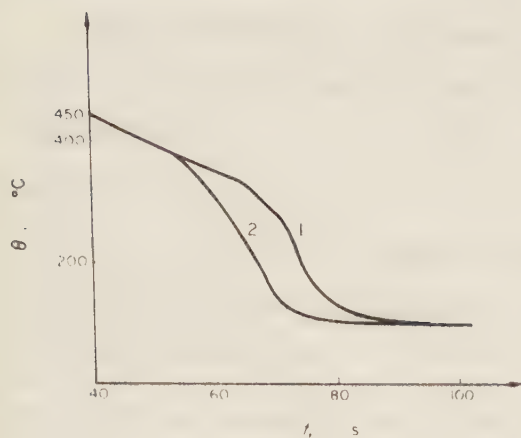


Figure 20

Lois de refroidissement au centre de l'éprouvette à isothermie pariétale quasi permanente :

(1) trempe depuis $\theta_0 = 700^\circ \text{ C}$ dans une solution aqueuse à 10 % de NaCl à 101° C

(2) trempe depuis $\theta_0 = 700^\circ \text{ C}$ dans l'eau à 100° C , l'éprouvette étant enrobée de NaCl

(la loi de refroidissement entre 700° C et 460° C n'a pas été transcrite).

La mesure du coefficient de transfert h de la chaleur pendant ce régime donne une valeur double de celle que l'on obtient pendant la caléfaction soit 528 (M K S). Cela montre l'efficacité de ce mode de vaporisation qu'il serait intéressant de substituer à la caléfaction.

Nous expliquons ainsi l'intérêt présenté par les trempes dans les solutions de sels thermiquement stables. De plus, par rapport à la trempe dans l'eau pure, le choc thermique lors de la transition caléfaction - ébullition nucléée est nettement atténué par la présence de ce mode de vaporisation qui provoque une transition en deux étapes : tout d'abord caléfaction - ébullition larvée puis ébullition larvée - ébullition nucléée.

IV.1.2 - Dépôts isolants

Lors de la trempe dans les solutions salines, le dépôt sur l'éprouvette se produit au cours du refroidissement. CHEVRIER (40) a étudié l'influence d'un dépôt isolant réalisé avant la trempe

dans le cas du refroidissement d'une éprouvette en nickel trempée dans l'azote liquide et dans l'eau à l'ébullition. MUNSCH (6) a étendu l'application de cette technique au cas de la trempe à l'eau des aciers.

Pour la trempe dans l'azote liquide, les éprouvettes sont enduites d'une couche de caoutchouc synthétique polymérisé (40).

Pour la trempe dans l'eau pure les éprouvettes sont enduites soit de plâtre de Paris qui, au cours du chauffage, se transforme en anhydrite irréversible (40) (7), soit de zircone (6) déposée par projection au chalumeau oxyacétylénique, soit de mélanges à base de plâtre (technique de poteyage).

La vitesse de refroidissement augmente avec l'épaisseur du dépôt. On détermine une épaisseur critique pour laquelle la vitesse moyenne de refroidissement est maximale ; au delà de cette valeur, on observe une diminution de la vitesse de refroidissement.

L'étude des courbes de refroidissement obtenues montre que le régime de caléfaction est déstabilisé et que la température de transition entre la caléfaction et l'ébullition nucléée augmente. Lorsque la caléfaction est déstabilisée, sans être remplacée par l'ébullition nucléée, le refroidissement n'obéit plus à la loi de Newton : le coefficient h de transfert de chaleur est fonction de la température. Le mode de vaporisation observé est alors l'ébullition larvée comme nous l'avons rencontrée dans le cas des solutions salines lorsque le sel, à la fin de la caléfaction, précipite

sur la surface de l'éprouvette et crée ainsi une résistance thermique.

Quand l'épaisseur du dépôt devient trop importante, la vitesse moyenne de refroidissement diminue car l'effet d'écran thermique du dépôt ralentit la conduction de la chaleur dans le solide.

IV.2 - *ETUDE DE L'EBULLITION LARVEE*

Après avoir défini les conditions dans lesquelles apparaît l'ébullition larvée, nous étudions plus en détail ce mode de vaporisation pour proposer un mécanisme s'appuyant sur des résultats expérimentaux.

IV.2.1 - *Mécanisme proposé*

CHEVRIER (11), à la suite de l'étude expérimentale de la trempe dans l'azote liquide d'éprouvettes enrobées de caoutchouc synthétique, a proposé un mécanisme pour l'ébullition larvée.

Lors de la brusque prise de contact entre l'éprouvette et le liquide, la surface extérieure du dépôt de faible effusivité subit une chute de température brutale. Dans le cas particulier de l'azote liquide, la température de contact θ_{ci} est supérieure à L_s , température limite d'existence de la caléfaction. Dès le début de la trempe, le flux de chaleur est suffisant pour que la couche de caléfaction puisse s'établir. La surface du dépôt est alors isolée du liquide par une couche de vapeur (figure 21). Ce nouvel écran thermique limite le flux de chaleur transmis au liquide à la valeur

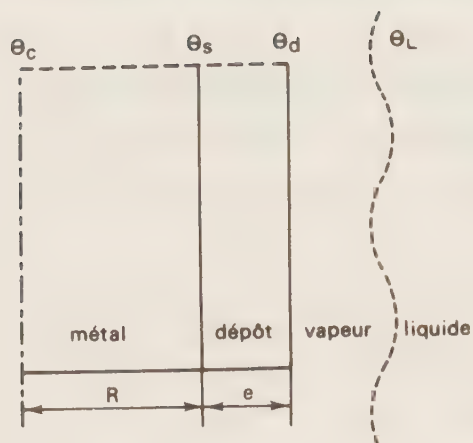


Figure 2I

Schéma d'une éprouvette enrobée d'un dépôt d'épaisseur e .
Notation des différentes températures.

$\frac{\Phi}{S} = -\lambda \frac{(\theta_s - \theta_d)}{e}$, donnée par la loi de Fourier, où e est l'épaisseur du dépôt. Il s'ensuit que la température de la surface du dépôt remonte alors que la température superficielle de l'éprouvette n'a pratiquement pas varié.

A l'instant du contact initial, la plus grande partie de l'écart de température $(\theta_0 - \theta_{ci})$ s'est localisée dans le dépôt qui joue ainsi le rôle d'un écran thermique. Mais, dès que le film de vapeur existe, l'écart de température s'y localise puisqu'il constitue une résistance de passage supérieure à celle du dépôt. La densité de flux de chaleur fournie par l'éprouvette n'est alors plus assez importante pour entretenir la couche de caléfaction. La vapeur se recondense dans le liquide plus vite qu'elle n'est produite. Le liquide revient alors mouiller la surface du dépôt.

Le nouveau contact direct liquide - dépôt abaisse la

température de la surface et, toujours selon la loi de Fourier, le flux de chaleur augmente, donnant lieu à une vaporisation intense. La couche de caléfaction se reforme, puis est à nouveau déstabilisée selon le même processus. Cette succession de phénomènes se renouvelle aussi longtemps que la condition : $\theta_d > L_s$ est remplie. Lorsque l'écart ($\theta_d - \theta_l$) devient suffisamment faible, de l'ordre de 10° C dans le cas de l'azote liquide, le refroidissement est assuré par l'ébullition nucléée.

Ce mécanisme peut être étendu au cas de la trempe dans l'eau portée à ébullition, d'éprouvettes enrobées de zircone ou d'anhydrite.

Donc, au cours de l'ébullition larvée, il existerait une alternance de mouillages de la surface du dépôt par le liquide, ce qui expliquerait que le refroidissement est beaucoup plus efficace qu'au cours de la caléfaction, pendant laquelle la surface est isolée du liquide par une gaine continue de vapeur.

On pourrait admettre que l'ébullition larvée est une caléfaction déstabilisée par la présence de la résistance thermique que constitue le dépôt isolant.

IV.2.2 - Résultats expérimentaux

La variation de la température superficielle due au mouillage est impossible à mesurer d'une part, parce qu'il est toujours difficile sinon impossible de mesurer la température d'une surface qui varie rapidement, d'autre part, parce qu'il s'agit d'un isolant.

On sait que la mesure de la température d'un isolant entraîne des erreurs importantes. Nous avons donc eu recours à l'étude du contact électrique entre le liquide et l'éprouvette associée à la cinématographie ultrarapide.

Pour des raisons techniques, nous nous sommes limité au cas d'éprouvettes enrobées de zircone, trempées dans l'eau bouillante. L'enrobage est, dans ce cas, facile à appliquer et il est commode de faire varier l'épaisseur du dépôt entre 50 et 400 μm . D'autre part, pour réaliser des expériences de contact électrique, il est nécessaire de tremper dans l'eau. Nous n'avons pas pu réaliser d'expériences dans le cas de l'azote liquide puisqu'on ne peut le rendre conducteur. On ne peut pas non plus filmer à travers un vase Dewar à cause des doubles parois et de la condensation.

Dans les expériences de contact électrique, un seul point de la surface est rendu conducteur, celui où le fil d'argent débouche à la surface de l'éprouvette, selon le montage décrit au premier chapitre.

On enregistre, soit sur l'enregistreur rapide à papier photosensible, soit à l'aide de la caméra ultrarapide, l'existence possible des mouillages de la surface par le liquide, leur durée et leur fréquence.

Par cette méthode, nous avons pu mettre en évidence l'existence de brefs contacts entre le liquide et le dépôt, lorsque le mode de vaporisation est l'ébullition larvée.

La durée des contacts n'est pas toujours la même : elle varie entre $0,5 \cdot 10^{-2}$ s et $2 \cdot 10^{-2}$ s en régime d'ébullition larvée établi. En moyenne, on peut considérer que le temps de contact entre le liquide et le dépôt est de 10^{-2} s dans le cas de la zircone.

La fréquence des contacts varie entre 50 et 100 Hz. La période est donc du même ordre de grandeur que la durée du contact liquide - dépôt.

On remarque que la fréquence des contacts augmente lorsque l'on se rapproche de la transition entre l'ébullition larvée et l'ébullition nucléée, mode de vaporisation au cours duquel le contact entre le liquide et l'éprouvette est permanent. D'autre part, c'est juste avant l'ébullition nucléée que l'on enregistre les contacts les plus brefs : $0,5 \cdot 10^{-2}$ s.

Les enregistrements ne concernent qu'une portion très petite de la surface de l'éprouvette. On peut en conclure que statistiquement, une fraction importante de la surface est mouillée au cours du refroidissement. Il nous a été impossible d'enregistrer en même temps les contacts électriques en plusieurs points de la surface, ce qui aurait été intéressant pour déterminer si les alternances de mouillage et de non mouillage sont en phase sur l'ensemble de la surface.

Cependant, l'examen au ralenti des films cinématographiques et leur analyse image par image montrent que la surface de l'éprouvette n'est pas mouillée totalement puis, ensuite totalement isolée du liquide par une couche de vapeur. Il ne s'agit pas

d'une pulsation d'ensemble de la couche de vapeur entre une épaisseur nulle et une épaisseur maximale.

La figure 22 représente une éprouvette enrobée de zircone au cours de l'ébullition larvée. La trace du spot de l'oscillographe, située à droite, montre qu'à cet instant du refroidissement, le point de mesure est mouillé par le liquide et que le mouillage correspond au passage d'une vague importante de vapeur.

La morphologie de l'ébullition larvée ressemble à celle d'une couche de caléfaction plus épaisse que pour la caléfaction normale. L'interface vapeur - liquide est le siège d'instabilités d'une ampleur suffisante pour provoquer le mouillage de la surface. Ces instabilités prennent naissance à la partie inférieure de l'éprouvette et se déplacent vers la partie supérieure où la vapeur peut être évacuée dans l'atmosphère.

C'est toujours juste après, ou juste au moment du passage de l'instabilité, que l'on observe le mouillage de la surface. Ces vagues se produisent à la même fréquence que les mouillages. C'est donc elles qui provoquent l'accélération du refroidissement de l'éprouvette pendant l'ébullition larvée.

La "respiration" de la couche de vapeur est perturbée par l'existence des forces d'Archimède qui provoquent le déplacement de la vapeur vers le haut de l'éprouvette.

Le mécanisme pur de l'ébullition larvée tel que nous l'avons décrit précédemment n'existe donc que localement, par

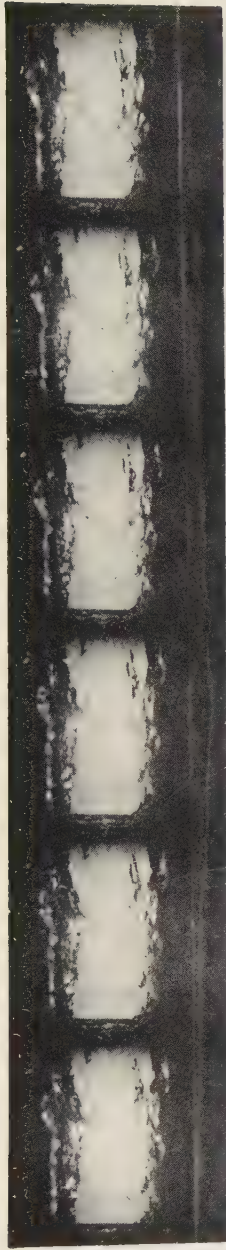


Figure 22

Photographies d'une éprouvette enrobée de zircone au cours du régime d'ébullition larvée.

exemple sur la face plane inférieure du cylindre, là où il n'y a pas de perturbations provoquées par l'écoulement de la vapeur. Ce point correspond sans doute au point d'arrêt de la couche limite mais nous n'avons pas pu vérifier expérimentalement cette hypothèse.

Nous avons donc constaté expérimentalement qu'il existe des périodes de mouillage de la surface de l'éprouvette par le liquide. Compte tenu du fait que ces mouillages sont enregistrés au cours des expériences en un point de faible surface et qu'ils correspondent au passage d'une instabilité de l'interface vapeur - liquide, on peut conclure que si tous les points de la surface peuvent être mouillés, en réalité seule une faible fraction l'est à chaque instant. Chaque fois qu'une vague prend naissance à la partie inférieure de l'éprouvette, elle entraîne dans son sillage une zone mouillée et ceci jusqu'au moment où elle a disparu.

Chaque mouillage permet d'évacuer une quantité de chaleur correspondant à une vaporisation plus importante du liquide. Ceci explique que l'ébullition larvée permette de réaliser des refroidissements plus efficaces que la caléfaction.

IV.2.3 - Influence de l'effusivité superficielle du dépôt

Le mécanisme de l'ébullition larvée proposé est un mécanisme ne faisant intervenir que les phénomènes de conduction dans l'isolant. Nous nous proposons d'étudier maintenant l'effet thermique des mouillages successifs.

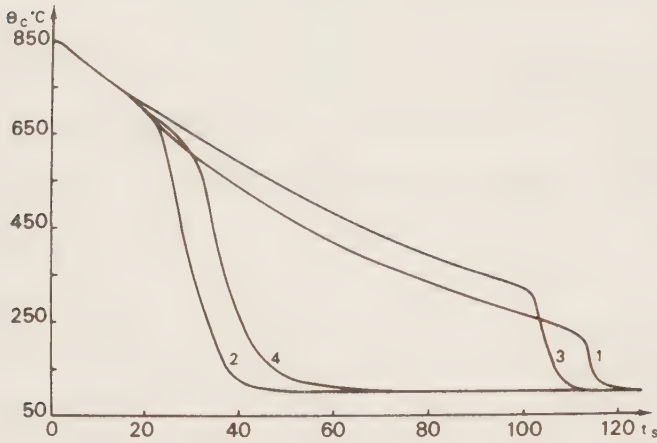
Dans le cas d'un dépôt de $200\text{ }\mu\text{m}$ de zircone, nous déposons sur celle-ci une mince couche d'argent par projection au chalumeau. L'épaisseur de cette couche n'excède pas $50\text{ }\mu\text{m}$. L'effusivité superficielle du solide passe alors de $2\,230\text{ (M K S)}$ pour la zircone à $31\,574\text{ (M K S)}$ pour l'argent.

IV.2.3.1 - Cas de l'eau bouillante

Nous comparons entre elles les lois de refroidissement successives d'une éprouvette cylindrique en nickel de 16 mm de diamètre et de 48 mm de hauteur, dont on modifie les propriétés de surface et que l'on trempe depuis 850° C dans l'eau à 100° C . La courbe représentant l'éprouvette enrobée de $200\text{ }\mu\text{m}$ de zircone et celle de la même éprouvette sur laquelle on a ajouté $50\text{ }\mu\text{m}$ d'argent sont très différentes (courbes 2 et 3 de la figure 23).

La mince couche d'argent, pourtant très bonne conductrice, provoque un ralentissement considérable du refroidissement. La résistance thermique de la couche de zircone n'a plus d'effet sur la vaporisation puisqu'on revient presque à la courbe analogue à celle de l'éprouvette nue.

Figure 23



Lois de refroidissement au centre d'une éprouvette cylindrique en nickel ($D=16\text{mm}$, $H=48\text{mm}$) trempée depuis $\theta_0=850^\circ\text{C}$ dans l'eau à 100°C

- 1 - nue
- 2 - enrobée de $200\ \mu\text{m}$ de zircone
- 3 - enrobée de $200\ \mu\text{m}$ de zircone + $50\ \mu\text{m}$ d'argent
- 4 - enrobée de $200\ \mu\text{m}$ de zircone + $50\ \mu\text{m}$ d'argent + $10\ \mu\text{m}$ de silicate de sodium.

Le mode de vaporisation qui apparaît sur l'éprouvette enrobée de zircone argentée est la caléfaction. On note cependant une différence entre les pentes des courbes de refroidissement. La vitesse mesurée à 500°C est de $5,2^\circ\text{C/s}$ pour la courbe 3 et $6,7^\circ\text{C/s}$ pour la courbe 1. Le coefficient de transfert h de la chaleur dans les deux cas est le même puisqu'il s'agit de caléfaction. Cependant si l'on applique la loi de Newton, on a :

$$\frac{\Phi}{S} = h (\theta_S - \theta_L)$$

Dans le cas de l'argent, la différence $(\theta_S - \theta_L)$ est supérieure à celle que présente l'éprouvette en nickel oxydé, à cause de la différence de valeur des effusivités superficielles.

Le flux de chaleur étant proportionnel à la vitesse de refroidissement, la valeur de la vitesse de refroidissement est plus grande pour l'éprouvette nue que pour l'éprouvette enrobée de zircone argentée, ce qui se traduit par une différence dans les pentes des courbes de refroidissement enregistrées.

Avec un dépôt de $200\text{ }\mu\text{m}$ de zircone, nous sommes loin de la résistance optimale que l'on définit comme celle que donne le refroidissement le plus rapide.

Dans le cas d'un dépôt d'anhydrite de $400\text{ }\mu\text{m}$ qui donne une loi de refroidissement très rapide, l'influence d'une mince couche d'argent est très importante comme le montrent les courbes de la figure 24.

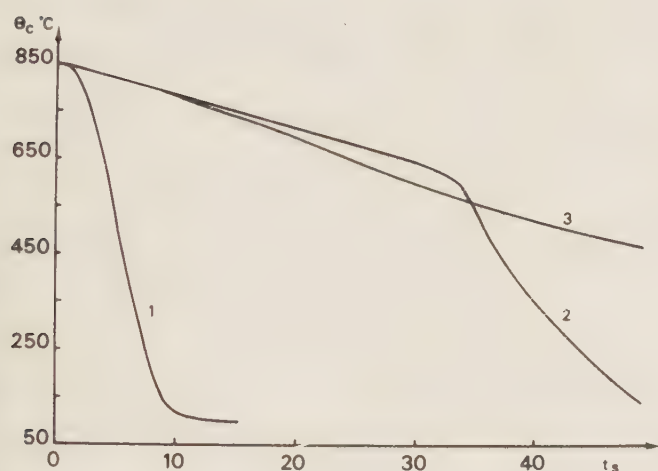


Figure 24

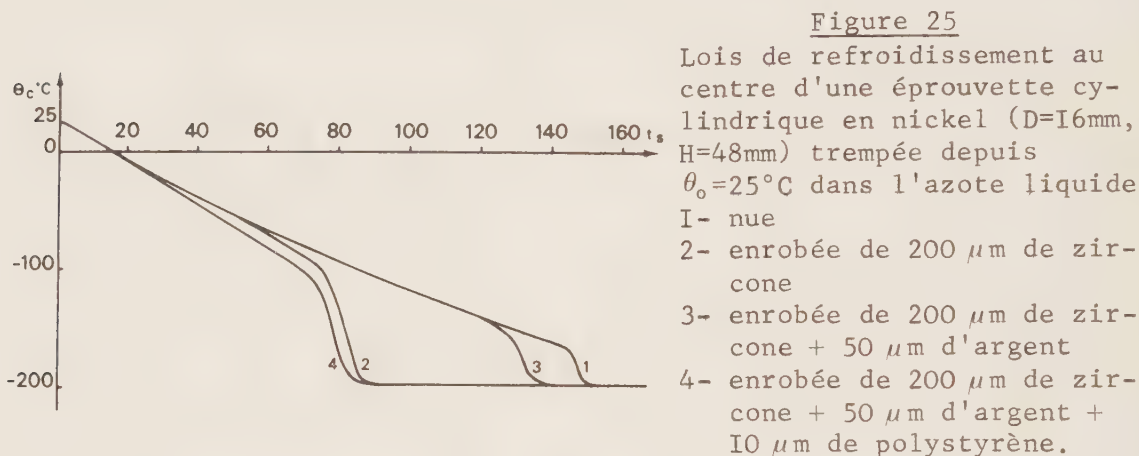
Lois de refroidissement au centre d'une éprouvette cylindrique en nickel ($D=16\text{mm}$, $H=48\text{mm}$) trempée depuis $\theta_0=850^\circ\text{C}$ dans l'eau à 100°C
 1- enrobée de $400\text{ }\mu\text{m}$ d'anhydrite
 2- enrobée de $400\text{ }\mu\text{m}$ d'anhydrite + $50\text{ }\mu\text{m}$ d'argent
 3- nue.

Alors qu'avec l'anhydrite seule, on refroidit dans l'eau bouillante presque aussi vite que dans l'eau froide, en déposant $50\text{ }\mu\text{m}$ d'argent sur l'anhydrite, on rétablit la caléfaction et le refroidissement est considérablement ralenti, pratiquement 5 fois plus long.

La résistance thermique de la couche d'argent peut être considérée comme négligeable compte tenu de son épaisseur et de sa conductivité. Seule l'effusivité superficielle a été modifiée dans ces expériences.

IV.2.3.2 - Cas de l'azote liquide

Nous avons réalisé des expériences identiques dans le cas de l'azote liquide où l'éprouvette est trempée depuis la température ambiante. Les lois de refroidissement obtenues sont rassemblées sur la figure 25.



Nous ne notons pas de différence entre les vitesses de refroidissement de l'éprouvette nue et de l'éprouvette enrobée de zircon argentée. A cause de la faible valeur des flux, cette différence n'apparaît pas sur les courbes enregistrées compte tenu de la précision des expériences.

IV.2.3.3 - Interprétation

Ces faits expérimentaux montrent que l'ébullition larvée ne peut exister et être efficace que si l'effusivité superficielle du dépôt est suffisamment faible.

Lorsqu'un film d'argent est déposé sur la zircon, lors de la prise de contact entre le liquide et l'éprouvette, la

caléfaction qui s'établit limite le flux de chaleur évacué par l'éprouvette. Tout l'écart de température est alors pratiquement localisé dans le dépôt de zircone. Lorsque le film de vapeur existe, l'écart de température se localise dans ce film. La densité de flux $\frac{\Phi}{S}$ n'est plus suffisante pour entretenir le film de caléfaction et le liquide vient mouiller par endroit la surface du dépôt. La zircone étant couverte d'un film d'argent de forte effusivité, la prise de contact liquide - métal abaisse beaucoup moins la température de la surface qu'en l'absence d'argent : la caléfaction n'est donc pratiquement pas perturbée. Le contact liquide - métal est donc peu efficace et la caléfaction n'est pas déstabilisée suffisamment pour donner lieu à l'ébullition larvée. Le refroidissement est sensiblement identique à celui d'une éprouvette nue.

Afin de vérifier le rôle de l'effusivité de la surface dans le mécanisme que nous proposons pour l'ébullition larvée, nous avons déposé sur la couche d'argent un film très mince ($10\ \mu\text{m}$) de silicate de sodium d'effusivité $E = 2\ 091\ (\text{M K S})$. L'éprouvette est trempée à l'eau bouillante dans les mêmes conditions que précédemment. On obtient alors la courbe de refroidissement 4 de la figure 23 qui est pratiquement identique à celle de l'éprouvette enrobée de $200\ \mu\text{m}$ de zircone.

Dans le cas de l'azote liquide, nous avons déposé sur la couche d'argent, un film mince de vernis à base de polystyrène de faible effusivité. Dans ce cas aussi, la loi de refroidissement obtenue est voisine de celle de l'éprouvette enrobée de $200\ \mu\text{m}$ de zircone (courbe 4 de la figure 25). Nous constatons que la pente des deux courbes est différente. Ceci est dû au fait qu'une résistance

thermique très faible a une influence considérable sur la trempe dans l'azote liquide, comme l'a montré CHEVRIER (40). Bien que le film de vernis soit très mince, il intervient par sa résistance thermique, alors que dans le cas de l'eau, il faut des valeurs beaucoup plus élevées de la résistance thermique additionnelle.

Ces résultats expérimentaux montrent bien que lorsqu'on dépose un film mince de silicate de sodium de faible effusivité sur le film d'argent, le contact liquide - silicate de sodium abaisse considérablement la température de la surface, localisant dans le dépôt isolant un écart de température important qui permet à une forte densité de flux de chaleur d'atteindre le liquide. La vaporisation intense du liquide reforme la caléfaction qui est aussitôt déstabilisée. Le refroidissement est alors à nouveau assuré par l'ébullition larvée selon une alternance de mouillage et de non mouillage de la surface. On retrouve la même courbe de refroidissement que pour une éprouvette enrobée uniquement de zircone.

Donc pour que l'ébullition larvée existe, il faut deux conditions : d'une part, créer une résistance thermique suffisante en déposant une substance de faible conductivité sur la surface de l'éprouvette ; d'autre part que l'effusivité superficielle soit faible pour provoquer un abaissement important de la température pariétale, lors du contact avec le liquide.

La mesure ponctuelle de la température superficielle pendant l'ébullition larvée ne peut, bien entendu, être envisagée. Son calcul exigerait des hypothèses simplificatrices peu réalistes. Nous avons donc fondé notre interprétation de ce mode de vaporisation

sur l'étude globale des phénomènes.

IV.2.4 - *Influence de l'épaisseur du dépôt*

CHEVRIER (40), dans le cas de l'azote liquide et MUNSCH (6), dans celui de l'eau pure à 100° C, ont remarqué que la durée du refroidissement d'une éprouvette métallique enrobée d'un dépôt varie en fonction de son épaisseur.

Par notre méthode de contact électrique, nous déterminons la durée d'existence de l'ébullition larvée pour des dépôts de différentes épaisseurs.

Si l'on trempe, dans l'eau bouillante, des éprouvettes cylindriques en nickel de 16 mm de diamètre et de 48 mm de hauteur enrobées de zircon, depuis une température initiale de 850° C, on remarque que l'ébullition larvée ne s'établit pas toujours dès l'instant initial de la trempe.

Le tableau IV.A rassemble les résultats pour des épaisseurs de zircon variant de 25 à 400 μm .

θ_0 °C	Epaisseur du dépôt de zircon μm	Durée du refroidissement sans contact s	Durée de l'ébullition larvée s
850	25	40	10
850	50	15	30
850	100	8	17
850	200	5	15
850	400	0	5

Tableau
IV.A

La durée de la vaporisation sans contact est d'autant plus importante que l'épaisseur du dépôt est faible.

Pendant la période où il n'y a pas de contact entre le liquide et la surface du dépôt, le mode de vaporisation est la caléfaction puisque c'est l'absence de mouillage de la surface par le liquide qui caractérise ce régime. De plus, le refroidissement obéit à la loi de Newton pendant toute cette période alors que ce n'est pas le cas pour l'ébullition larvée. Par exemple dans le cas d'une épaisseur de zircone de $50\text{ }\mu\text{m}$, on voit apparaître successivement les différents modes de vaporisation du liquide : tout d'abord la caléfaction, puis l'ébullition larvée et enfin l'ébullition nucléée.

Au fur et à mesure que l'on augmente l'épaisseur du dépôt, la durée de la caléfaction diminue jusqu'à devenir nulle. Nous avons atteint alors l'épaisseur de $400\text{ }\mu\text{m}$ dans le cas de la zircone pour laquelle le refroidissement est assuré tout d'abord par une brève ébullition larvée, bientôt suivie d'une ébullition nucléée. Ceci dans le cas de la trempe depuis une température initiale de 850°C .

- Effet de la température initiale de la trempe.

Si, pour une épaisseur donnée de zircone, par exemple $200\text{ }\mu\text{m}$, nous faisons varier la température initiale de trempe de 950°C à 300°C , nous obtenons l'ensemble des lois de refroidissement représentées sur la figure 26 pour une éprouvette cylindrique en nickel de 16 mm de diamètre et de 48 mm de hauteur.

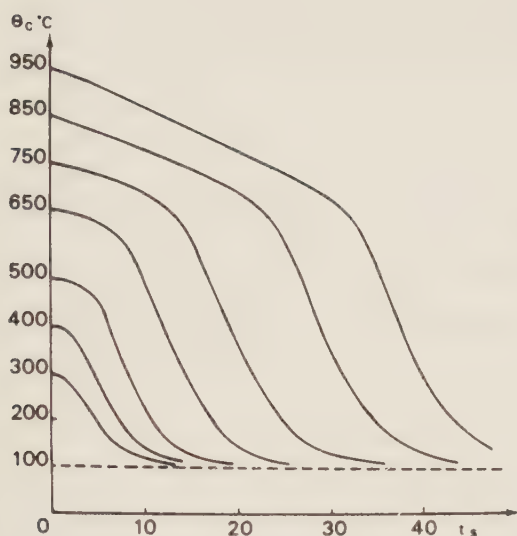


Figure 26

Lois de refroidissement au centre d'une éprouvette cylindrique en nickel ($D = 16$ mm, $H = 48$ mm) enrobée de $200\text{ }\mu\text{m}$ de zircon au cours de la trempe dans l'eau prise à 100°C depuis différentes températures initiales.

Lorsque l'on diminue la température initiale de trempe θ_0 , le domaine d'existence de la caléfaction diminue. Ainsi, pour $\theta_0 = 750^{\circ}\text{C}$, le refroidissement est assuré uniquement par ébullition larvée, puis par ébullition nucléée. Pour des valeurs de θ_0 inférieures, l'ébullition larvée est de plus en plus fugace pour devenir inexistante à partir de $\theta_0 = 500^{\circ}\text{C}$. Le refroidissement est alors assuré uniquement par ébullition nucléée.

Il serait intéressant d'étudier les refroidissements d'éprouvettes métalliques enrobées de zircon, ou de tout autre produit réfractaire, trempées depuis des températures initiales élevées, supérieures à $1\,200^{\circ}\text{C}$, dans l'eau bouillante.

IV.3 -INFLUENCE D'UN SOLUTE NON VOLATIL SUR ----- L'EBULLITION NUCLEEE -----

Lors de la trempe d'une éprouvette métallique dans une solution aqueuse de sel thermiquement stable, le régime d'ébullition nucléée apparaît juste après le régime d'ébullition larvée.

Le régime d'ébullition nucléée est alors très violent, les premières bulles de vapeur faisant éclater la couche de sel. Celui-ci se détache par plaques de la surface de l'éprouvette puis se dissout dans la solution.

C'est pendant le régime d'ébullition nucléée que la vitesse de refroidissement est maximale. Cette vitesse maximale peut servir à caractériser ce régime.

La mesure de la vitesse maximale de refroidissement d'une éprouvette cylindrique en nickel de 16 mm de diamètre et de 48 mm de hauteur trempée dans des solutions aqueuses bouillantes de sels ou d'hydroxyde à différentes concentrations, montre que, pour une concentration donnée, la vitesse maximale varie dans le même sens que la solubilité (tableau IV.B). C'est en effet au cours du régime d'ébullition que la couche de sel se redissout au sein de la solution. Il est évident que cette dissolution est favorisée par la grande solubilité du sel dans l'eau. La prise de contact entre solution et éprouvette se fait plus tôt, ce qui permet d'expliquer l'accroissement de la vitesse maximale de refroidissement avec la solubilité du sel dans l'eau.

	Vitesse maximale °C/s
Eau pure	24
NaOH 5 %	50
LiCl "	39
NaCl "	26
KCl "	27
NaOH 10 %	56
LiCl "	48
NaCl "	28
KCl "	26
NaOH 15 %	66
LiCl "	46
NaCl "	28
KCl "	33
NaOH 20 %	62
LiCl "	43
NaCl "	34
KCl "	39

Tableau IV.B

On remarque de plus que, quelle que soit la nature du soluté et sa concentration, la vitesse maximale de refroidissement est supérieure à 24° C/s, valeur mesurée dans le cas de l'eau pure prise à 100° C, bien que la taille des bulles de vapeur soit inférieure à celle que l'on mesure dans le cas de l'eau pure.

Cette observation montre l'intérêt pratique de la trempe dans la solution aqueuse d'un sel thermiquement stable.

Van STRALEN (41) a étudié la croissance des bulles de vapeur au cours de l'ébullition nucléée sur un fil de platine chauffé électriquement et immergé dans des solutions aqueuses, soit de produits organiques, soit de

sels. Il remarque, en traçant des courbes de type NUKIYAMA (13), que la valeur du flux maximal dans le cas de ces solutions est supérieure à celle qu'il mesure dans le cas de l'eau pure. La vitesse de croissance des bulles de vapeur diminue, c'est ce qu'il appelle "le paradoxe de l'ébullition".

Il propose une interprétation de ce paradoxe en décrivant l'ébullition nucléée comme un phénomène de relaxation de la couche

limite liquide surchauffée, qui est périodiquement écartée de la paroi chauffante par la naissance rapide de bulles successives.

Dans le cas des solutions salines, une accumulation de sel peut apparaître dans la couche liquide adjacente à la frontière d'une bulle de vapeur. La concentration en sel passe alors de la valeur C_0 à la valeur C_1 . Il s'ensuit un accroissement, $\Delta\varepsilon = \varepsilon_1 - \varepsilon_0$ du point d'ébullition du liquide dans cette couche par rapport au point d'ébullition normal de la solution à la concentration C_0 . La "surchauffe effective", $\Delta\tau = \Delta\theta - \Delta\varepsilon$, c'est-à-dire la différence entre la température d'ébullition de la solution initiale surchauffée et la température de la couche liquide adjacente à la bulle, enrichie en sel par la vaporisation, diminue et devient inférieure à la valeur $\Delta\theta$ de la surchauffe du liquide comme on le voit sur la figure 27.

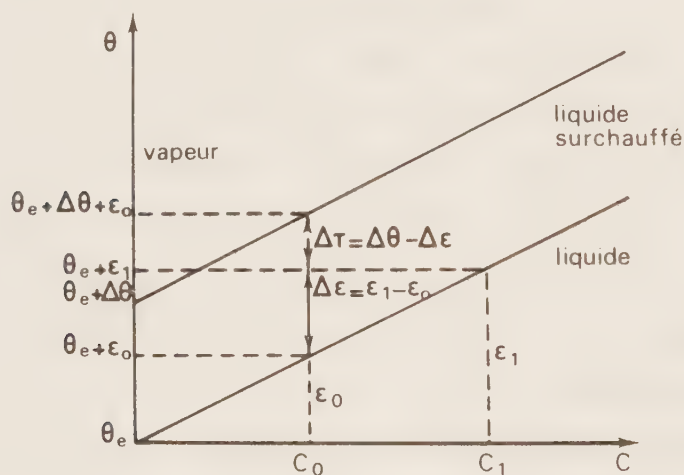


Figure 27

Diagramme température - composition pour une solution aqueuse de sel.

La vitesse de croissance des bulles de vapeur étant proportionnelle à la "surchauffe effective", il s'ensuit une diminution de la taille des bulles.

Les considérations de Van STRALEN (41) montrent que, dans le cas des solutions salines, la diffusion massique du composé le plus volatil a une grosse influence sur le mécanisme de l'ébullition nucléée. Les bulles de taille plus petite naissent en plus grand nombre et à une plus grande fréquence. Il s'ensuit un accroissement du transfert de chaleur par convection au voisinage de la paroi.

Ces résultats peuvent s'appliquer au cas de la trempe et expliquent l'accroissement de la vitesse maximale de refroidissement observé au cours de l'ébullition nucléée lors de la trempe dans une solution aqueuse de sel thermiquement stable.

IV.4 - ETUDE DE L'INTERACTION DE DEUX MODES DE VAPORISATION DIFFERENTS

Il est rare que l'ensemble de la surface de l'éprouvette soit à une température uniforme pendant son refroidissement, notamment dans le cas d'une éprouvette cylindrique.

Pendant la caléfaction, toute l'éprouvette est entourée d'une gaine continue de vapeur, mais la transition caléfaction - ébullition nucléée ne se produit pas simultanément en tous les points de l'éprouvette. Dans le cas d'un cylindre, la transition commence à sa partie inférieure qui est à plus basse température, puis elle monte progressivement. A un instant donné du refroidissement il existe donc simultanément sur la surface la caléfaction, une zone étroite de transition, l'ébullition nucléée et la convection naturelle.

Cette anisothermie a été étudiée par CHEVRIER (3). Il a montré que c'est elle qui est responsable des différences qui existent entre le régime permanent et le régime de trempe qui est un régime variable de transfert de chaleur.

L'anisothermie est particulièrement bien marquée dans le cas de la trempe dans les solutions salines, surtout pendant l'ébullition larvée, mode de vaporisation qui est dû dans ce cas à la précipitation de sel sur la surface de l'éprouvette. Avec une éprouvette cylindrique, le sel ne précipite pas en même temps sur toute la surface de l'éprouvette (9).

Lors de l'étude de la trempe dans les solutions salines, nous avons mis au point une éprouvette de forme particulière qui permet de réaliser une isothermie quasi permanente de la surface au cours du refroidissement (4) (9).

Elle est constituée par un tronc de cône dont les faces planes sont remplacées par des hémisphères. Au cours de l'ébullition larvée, le sel précipite en même temps sur toute la surface de cette éprouvette. De même, l'ébullition nucléée se produit partout en même temps et la couche de sel se redissout au sein de la solution.

Sur les courbes de refroidissement enregistrées, ces faits se traduisent par des changements de pente beaucoup plus nets lorsque l'on passe d'un mode de vaporisation à un autre.

L'éprouvette à isothermie pariétale quasi permanente est

valable dans le cas de solutions aqueuses de sels, mais ne présente pas les mêmes propriétés dans tous les liquides. Ce ne peut donc pas être une éprouvette universelle qui permettrait de caractériser le pouvoir refroidissant des liquides de trempe.

L'anisothermie est un phénomène très important. Elle a des conséquences graves sur le refroidissement et sur les contraintes thermiques qu'elle provoque lors du traitement d'une pièce métallique.

Ces considérations nous ont amené à provoquer une anisothermie importante sur la surface d'une éprouvette au cours du refroidissement par trempe dans un liquide vaporisable et à étudier l'influence, sur la caléfaction, du voisinage d'un autre mode de vaporisation qui peut être soit l'ébullition larvée, soit l'ébullition nucléée.

IV.4.1 -Eprouvettes cylindriques

Les expériences sont effectuées avec plusieurs éprouvettes de dimensions différentes. Elles sont trempées depuis une température initiale $\theta_0 = 800^\circ \text{C}$ dans l'eau bouillante. On enregistre, en fonction du temps, les variations de la température au centre des éprouvettes.

Pour montrer l'influence, sur la caléfaction, du voisinage d'un régime de vaporisation différent, on dépose sur la base inférieure du cylindre, par une technique de poteyage, un dépôt constitué principalement d'anhydrite.

Nous comparons entre elles les lois de refroidissement obtenues par trempe dans l'eau bouillante d'une éprouvette cylindrique en nickel de 10 mm de diamètre et de 30 mm de hauteur (figure 28). La courbe 1 est celle de l'éprouvette nue, la courbe 2 celle de l'éprouvette dont la base inférieure est enduite de dépôt et la courbe 3 celle de l'éprouvette entièrement enrobée.

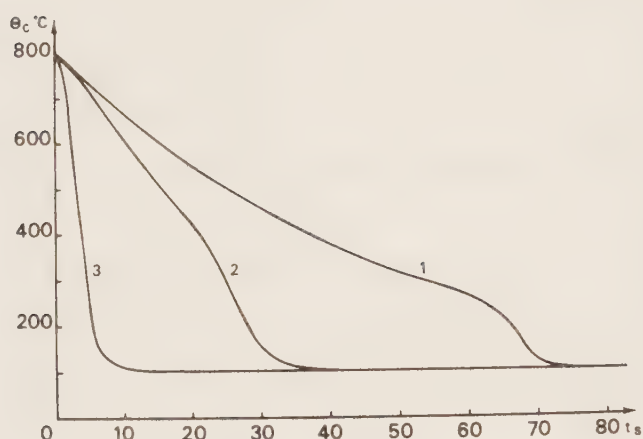


Figure 28

Lois de refroidissement au centre d'une éprouvette cylindrique en nickel ($D=10\text{mm}$, $H=30\text{mm}$) trempée depuis $\theta_0=800^\circ\text{C}$ dans l'eau à 100°C
 1- nue
 2- avec dépôt sur la base inférieure
 3- totalement enrobée.

Nous remarquons l'influence considérable du dépôt partiel sur la loi de refroidissement. La transition entre la caléfaction et l'ébullition nucléée passe de 230°C à 400°C et la durée du refroidissement, de 80 secondes à 40 secondes.

Dans le cas du cylindre dont la base inférieure est enduite de dépôt, la transition entre la caléfaction et l'ébullition nucléée est plus longue, donc moins nette que dans le cas du cylindre nu. En effet, si l'on observe l'éprouvette au cours du refroidissement, on constate que la transition commence à la partie inférieure du cylindre, au voisinage du dépôt. Le front de transition remonte ensuite progressivement le long du cylindre, créant ainsi une forte anisothermie superficielle. L'ébullition nucléée commence donc

toujours au bas de l'éprouvette. Le dépôt accélère le refroidissement de la base inférieure et celle-ci est déjà en convection naturelle alors que le reste du cylindre est encore en caléfaction. Or, on sait que c'est la valeur de la température superficielle qui fixe le mode de vaporisation du liquide. Il est donc normal que la transition commence à la partie inférieure du cylindre.

Nous avons réalisé des expériences semblables avec un cylindre de 10 mm de diamètre et de 100 mm de hauteur (figure 29). L'effet du dépôt partiel est identique. Si on compare les pentes pendant la caléfaction dans le cas du cylindre nu et dans celui du cylindre dont la base est enduite de dépôt, l'écart est moins grand que pour une éprouvette cylindrique de hauteur moindre parce que le chemin thermique est plus grand.

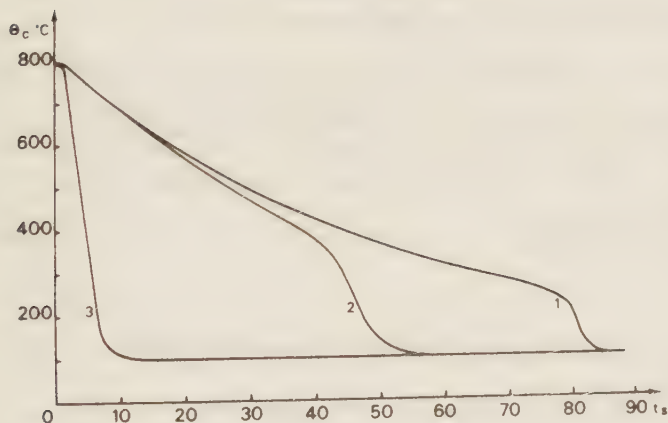


Figure 29

Lois de refroidissement au centre d'une éprouvette cylindrique en nickel ($D=10\text{mm}$, $H=100\text{mm}$) trempée depuis $\theta_0 = 800^\circ\text{C}$ dans l'eau à 100°C
 1- nue
 2- avec dépôt sur la base inférieure
 3- totalement enrobée.

IV.4.2 - *Eprouvettes sphériques*

Dans le cas des éprouvettes cylindriques, dont le rapport $\frac{H}{D}$ est relativement élevé ($H \geq 3 D$), la soudure du couple thermo-électrique placée au centre n'est pas équidistante de tous les points

de la surface du cylindre. En effet, elle est beaucoup plus près de la surface latérale du cylindre que des bases. C'est la raison pour laquelle nous avons réalisé des éprouvettes sphériques.

Nous avons effectué des dépôts partiels de différentes surfaces sur des éprouvettes sphériques. Nous constatons le même effet sur le refroidissement que dans le cas des éprouvettes cylindriques. La figure 30 montre les lois de refroidissement obtenues dans le cas où l'éprouvette est couverte partiellement de dépôts de différentes surfaces. L'effet du dépôt partiel est aussi important que dans le cas d'éprouvettes cylindriques.

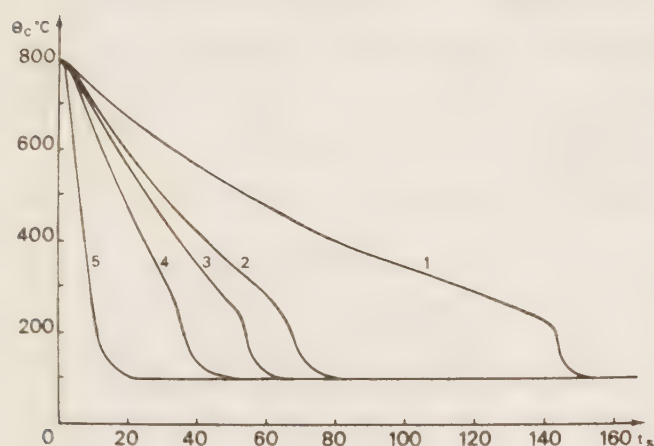


Figure 30

Lois de refroidissement au centre d'une éprouvette sphérique en nickel ($D=27,8$ mm) trempée depuis $\theta_0 = 800^\circ\text{C}$ dans l'eau à 100°C

- 1- nue
- 2- avec 100 mm^2 de dépôt
- 3- avec 200 mm^2 de dépôt
- 4- avec 400 mm^2 de dépôt
- 5- totalement enrobée.

- Influence de la position géométrique du dépôt.

L'éprouvette sphérique étant supportée par une tige en nickel celle-ci, tout comme dans le cas du cylindre, peut modifier l'écoulement de la vapeur. Il en résulte que les isothermes ne sont pas des surfaces de sphère.

Nous avons donc, fait varier la position du dépôt sur la

sphère tout en conservant sa surface.

Quelle que soit la position du dépôt, les lois de refroidissement enregistrées au centre de la sphère sont identiques, ce qui prouve bien qu'il n'y a pas de points privilégiés sur la surface.

- Influence de la fraction de surface enrobée de dépôt.

La position de la fraction de surface recouverte de dépôt étant sans influence sur la loi de refroidissement, nous avons cherché à vérifier la notion d'additivité des effets de dépôt pour savoir si un dépôt d'une certaine surface avait le même effet que plusieurs dépôts présentant ensemble la même surface.

Dans un premier temps, on trempe dans l'eau bouillante une sphère sur la surface extérieure de laquelle on a déposé en trois endroits distincts une surface de 100 mm^2 de dépôt (courbe 2 de la figure 31).

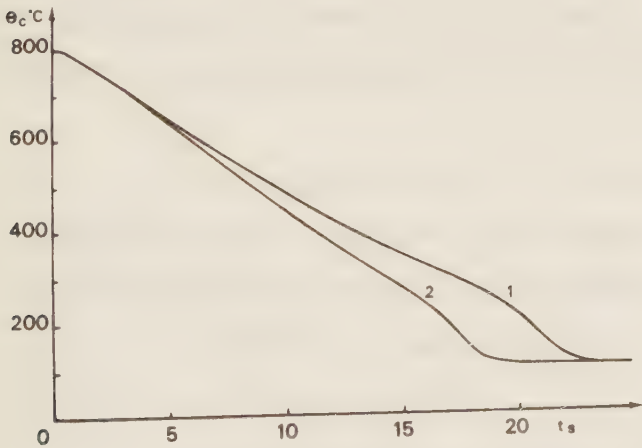


Figure 31

Lois de refroidissement au centre d'une éprouvette sphérique en nickel ($D=27,8\text{ mm}$) trempée depuis $\theta_0=800^\circ\text{C}$ dans l'eau à 100°C
1- éprouvette avec 300 mm^2 de dépôt
2- éprouvette avec 300 mm^2 de dépôt réparti en trois endroits différents.

Dans un second temps, on trempe dans les mêmes conditions, la sphère dont la surface extérieure présente une fraction de

surface enrobée de 300 mm^2 de dépôt (courbe 1 de la figure 31).

Les lois de refroidissement obtenues ne sont pas très différentes et l'on peut considérer, aux erreurs expérimentales près, que les courbes sont très voisines. L'écart entre elles vient, d'une part, de la difficulté à réaliser par poteyage une épaisseur et une homogénéité de dépôt constantes et, d'autre part, de la précision avec laquelle sont mesurées les fractions de surface enrobées.

IV.4.3 - Détermination des flux de chaleur

Lorsqu'on trempe dans l'eau bouillante une éprouvette métallique dont la surface extérieure présente une fraction enrobée, la loi de refroidissement obtenue est intermédiaire entre celle de l'éprouvette nue et celle de l'éprouvette totalement enrobée.

La densité de flux de chaleur qui sort de la fraction de surface enrobée de dépôt est supérieure à celle qui sort sur le reste de la surface. En effet, sur le dépôt s'établit l'ébullition larvée, alors que le reste de la surface de l'éprouvette se trouve en caléfaction.

Il est possible de connaître la participation de chacune des fractions de surface enrobées et nues, sur le refroidissement de l'éprouvette. La densité de flux de chaleur transmise est proportionnelle à la surface d'échange de l'éprouvette. Elle est aussi proportionnelle à la vitesse de refroidissement donc à la pente de la courbe de refroidissement.

Plaçons-nous en un point donné M de la courbe de refroidissement, appelons P_D la pente mesurée en ce point lorsque l'éprouvette est entièrement enrobée, P_N la pente mesurée lorsque l'éprouvette est nue et P_{ND} la pente mesurée lorsque l'éprouvette présente à la fois une partie de surface nue et une autre partie enrobée de dépôt, nous allons voir que la relation :

$$S_D \times P_D + S_N \times P_N = P_{ND}$$

est vérifiée pour différentes éprouvettes.

S_D désignant la fraction de surface enrobée, S_N celle de surface nue.

Les éprouvettes sont trempées depuis une température initiale $\theta_0 = 800^\circ \text{C}$ dans l'eau bouillante. Les pentes sont mesurées à 650°C . Cette température est choisie de façon à ce que les modes de vaporisation soient bien établis, c'est-à-dire d'une part après une durée de refroidissement suffisamment longue pour que le mode de vaporisation ne soit pas perturbé par l'introduction de l'éprouvette dans l'eau et, d'autre part, afin de ne pas être trop près de la transition entre la caléfaction et l'ébullition nucléée.

Nous avons réalisé ces mesures pour une éprouvette cylindrique en nickel de 10 mm de diamètre et de 30 mm de hauteur, pour une autre de 10 mm de diamètre et de 100 mm de hauteur et pour une sphère en nickel de 40 mm de diamètre. Dans le cas des cylindres, seule la face plane inférieure est enrobée. Pour la sphère, on enrobe sur sa partie inférieure une surface de dimension connue. Les résultats sont rassemblés dans le tableau IV.C.

Eprouvette en nickel	v i t e s s e s à 6 5 0° C			
	nue °C/s	entièrement enrobée °C/s	partiellement enrobée °C/s	vitesse calculée °C/s
cyindre D = 10 mm H = 30 mm	13,4	137	21	22
cyindre D = 10 mm H = 100 mm	11,1	115	12	16
sphère D = 40 mm	4,2	38,5	6,5	5,8

Tableau IV.C

On mesure directement la pente sur la courbe de refroidissement dans chaque cas et on calcule, par la relation linéaire précédente, la pente dans le cas de l'éprouvette partiellement enrobée.

L'accord entre la mesure expérimentale de la pente et son calcul est très satisfaisant, étant donné la précision des expériences.

Ces résultats montrent que chaque mode de vaporisation différent apporte sa contribution au transfert de chaleur et que ces effets sont pratiquement additifs. Il n'y a donc pas d'interactions entre deux modes de vaporisation différents adjacents.

L'écart le plus important apparaît pour l'éprouvette cylindrique de 10 mm de diamètre et 100 mm de hauteur puisque la

vitesse de refroidissement à 650° C est de 12° C/s contre 16° C/s pour la vitesse calculée par la relation.

Dans ce cas, la soudure du couple thermoélectrique est plus éloignée de la partie enrobée de dépôt que dans celui du cylindre de même diamètre, mais de 30 mm de hauteur.

Le chemin thermique est donc plus long, ce qui a pour conséquence que le couple enregistre plutôt les variations de température que provoque une caléfaction que celles d'une ébullition larvée.

Sur une sphère en nickel de 27,8 mm de diamètre, nous avons réalisé des dépôts sur des surfaces de 100, 200, 400 et 1213 mm². La dernière valeur représente la moitié de la surface de la sphère. Les résultats du tableau IV.D montrent le bon accord qui existe entre l'expérience et le calcul. L'écart entre les deux valeurs est de l'ordre de 2° C/s, ce qui est satisfaisant étant donné la difficulté de réalisation de dépôts identiques de surface parfaitement connue.

Tableau IV.D

Sphère D = 27,8 mm	Vitesse à 650°C °C/s	Vitesse calculée °C/s
100 mm ² de dépôt	10,6	8,4
200 mm ² de dépôt	13,0	11
400 mm ² de dépôt	18,8	16
1213 mm ² de dépôt	36,0	35,6

Dans ce cas, nous avons porté les variations de la vitesse de refroidissement mesurée à 650° C, en fonction du pourcentage de surface occupée par le dépôt. Comme le montre la figure 32, les points expérimentaux sont assez bien alignés depuis la valeur de la vitesse mesurée pour l'éprouvette nue à celle de l'éprouvette totalement enrobée.

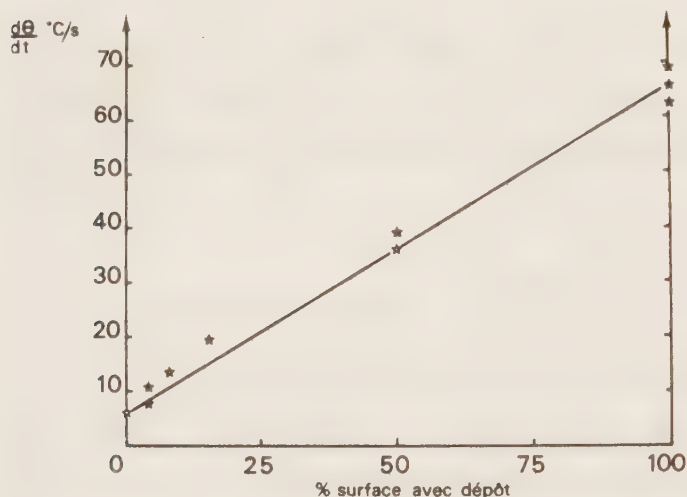


Figure 32

Variations en fonction du pourcentage de surface enrobée, de la vitesse de refroidissement mesurée à 650° C pour une éprouvette sphérique en nickel (D = 27,8 mm) trempée depuis $\theta_0=800^\circ\text{C}$ dans l'eau prise à 100° C.

Nous vérifions donc ainsi la validité de notre hypothèse, selon laquelle chaque mode de vaporisation participe au refroidissement total de l'éprouvette et ce proportionnellement à son étendue sur la surface de transfert, sans interaction.

IV.4.4 - Influence des instabilités de l'interface vapeur-liquide

Jusqu'à présent, dans l'étude de l'influence sur la caléfaction du voisinage d'un mode de vaporisation tel que l'ébullition larvée ou l'ébullition nucléée, nous avons toujours comparé entre elles les lois de refroidissement du centre de l'éprouvette. Elles

ne mettent pas toujours en évidence ce qui peut se passer sur la surface d'échange, surtout s'il se produit des phénomènes superficiels de faible amplitude qui sont considérablement atténués par l'effet écran (1) de la masse métallique située entre la soudure du couple thermoélectrique et la surface de l'éprouvette.

Si la forme de l'écoulement de la vapeur pendant la caléfaction est modifiée par la présence d'un mode de vaporisation différent, les conséquences sur le transfert de chaleur n'apparaissent pas sur les lois de refroidissement du centre de l'éprouvette. Comme nous l'avons vu, des écarts à la loi linéaire, décrite au paragraphe IV.4.3, peuvent être dues à des instabilités qui apparaissent et modifient l'écoulement de la vapeur, provoquant ainsi une agitation plus grande de la couche de vapeur.

La mesure des paramètres définissant les ondes de l'interface (tableau IV.E), dans le cas d'éprouvettes cylindriques dont la base inférieure est enrobée de dépôt montre que la longueur d'onde est plus grande que dans le cas d'une caléfaction pure.

Diamètre du cylindre mm	Hauteur du cylindre . mm	$\Delta \theta$ °C	Longueur d'onde mm	Fréquence des vagues Hz	Vitesse de propagation m/s
I6	48	650	I6 à 42	I7 à 32	0,27 à I,32
I0	30	650	I5 à 26	I7 à 30	0,25 à 0,78

Tableau IV.E

Dans le cas d'une éprouvette cylindrique de 16 mm de diamètre et de 48 mm de hauteur, la longueur d'onde moyenne

atteint une valeur double de celle que l'on mesure dans le cas de la caléfaction pure. La dispersion des grandeurs est plus grande, il semble en effet que le phénomène soit moins périodique que pendant la caléfaction.

Nous avons émis l'hypothèse que les instabilités peuvent prendre une ampleur telle que des contacts directs entre la surface métallique et le liquide sont susceptibles de se produire. Le transfert de chaleur serait alors considérablement augmenté et la gaine de caléfaction pourrait se détruire précocement.

Les mesures de contact électrique, difficiles dans ces conditions, ne permettent pas d'apporter une réponse catégorique quant à l'existence ou à l'absence de contact entre la surface métallique et le liquide.

Cependant, nous avons remarqué pour le cylindre comme pour la sphère que la couche de caléfaction se détruit toujours à la frontière de la zone enrobée de dépôt. Si les contacts liquide - solide existaient, la couche de caléfaction pourrait se détruire à l'endroit où ils se produisent, éventualité que nous n'avons jamais rencontrée au cours de nos expériences.

Pour essayer de mettre en évidence le rôle des instabilités dans l'écoulement de la vapeur, nous avons enregistré les variations de la température en quatre points du plan médian d'une éprouvette cylindrique en nickel de 30 mm de diamètre et de 90 mm de hauteur, trempée depuis 800° C dans l'eau bouillante. Les soudures des quatre couples thermoélectriques sont réparties de la

façon suivante : une au centre de l'éprouvette, la seconde à 5 mm de celui-ci, la troisième à 10 mm et la quatrième à 13 mm. Pour nos expériences, c'est la dernière soudure qui est la plus intéressante puisqu'elle est située à 2 mm de la surface d'échange. Elle permet donc de suivre l'évolution de la température en un point voisin de la surface, donc de rendre mieux compte des phénomènes superficiels.

L'enregistrement de ces températures est fait sur un enregistreur magnétique suivant la méthode mise au point par CHEVRIER (11). Nous traçons ensuite l'évolution des profils de température dans le plan médian du cylindre.

Nous avons réalisé les enregistrements dans trois cas : éprouvette nue, éprouvette dont la base inférieure est enrobée et éprouvette totalement enrobée.

La figure 33 montre l'évolution des profils de température dans les trois cas envisagés.

Il faut comparer l'allure des profils dans le cas de l'éprouvette nue et dans celui de l'éprouvette partiellement enrobée. Nous voyons que les profils sont presque superposables. On remarque uniquement que dans le cas du cylindre avec dépôt à la base, le profil de température, pour une température au centre donnée, s'incurve légèrement au voisinage de la surface. Au centre, on ne note aucune différence.

Dans le cas de l'éprouvette totalement enrobée, le

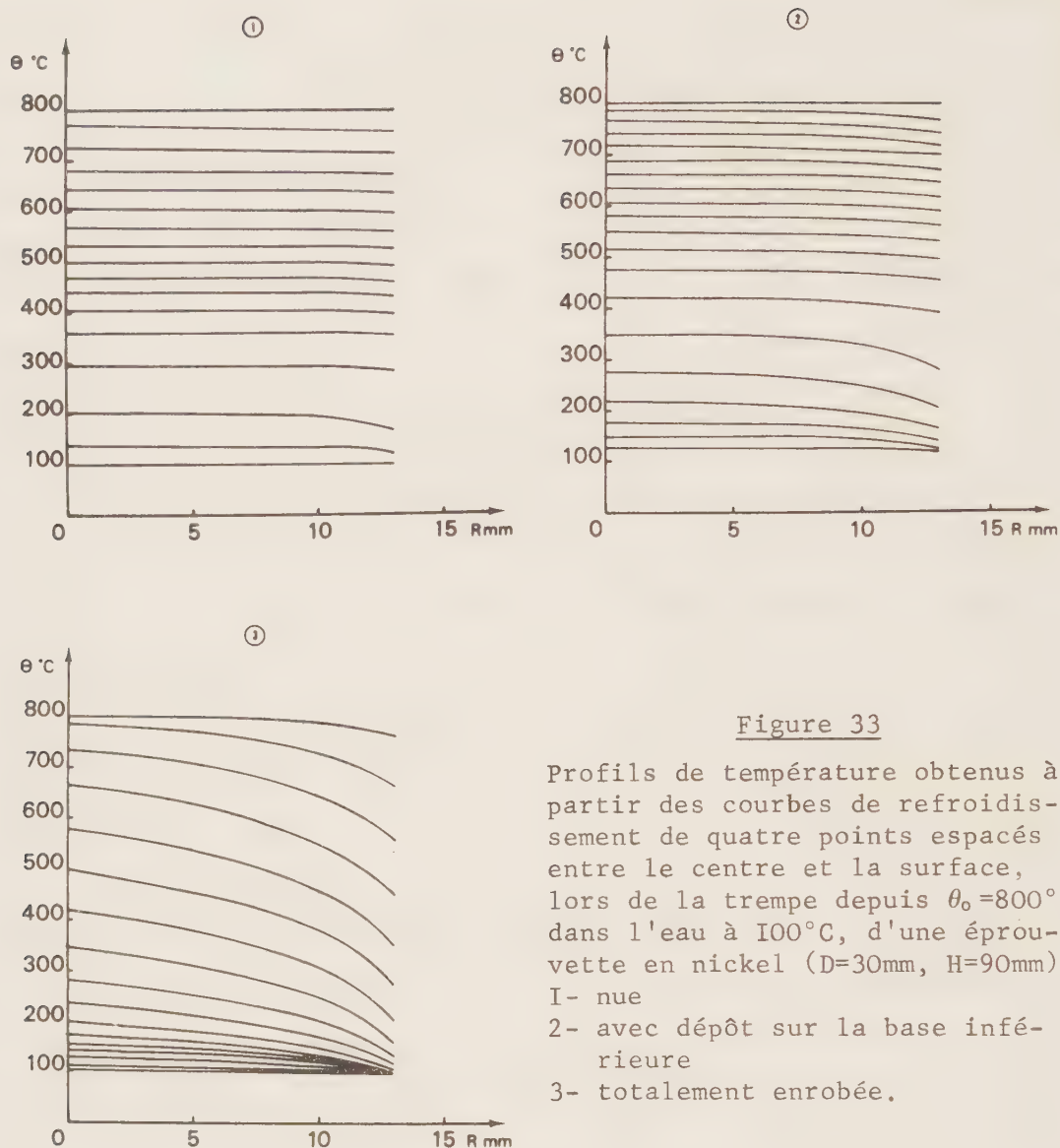


Figure 33

Profils de température obtenus à partir des courbes de refroidissement de quatre points espacés entre le centre et la surface, lors de la trempe depuis $\theta_0 = 800^\circ\text{C}$ dans l'eau à 100°C , d'une éprouvette en nickel ($D=30\text{mm}$, $H=90\text{mm}$)
 1- nue
 2- avec dépôt sur la base inférieure
 3- totalement enrobée.

refroidissement est assuré par un mode de vaporisation entièrement différent : les profils de température sont très incurvés et ce à partir du centre de l'éprouvette. La répartition des températures à l'intérieur est donc peu modifiée par la présence d'un dépôt à la base du cylindre. Seule la température de transition est affectée : elle remonte dans l'échelle des températures.

De ces remarques concernant les profils de température, nous pouvons déduire que les instabilités provoquées par la présence de l'ébullition larvée au voisinage d'une caléfaction établie ont peu d'influence sur le refroidissement de l'éprouvette. Elles provoquent un refroidissement un peu plus rapide en surface, mais la chute de température n'est pas suffisante pour être sensible au centre de l'éprouvette.

Ceci confirme les expériences décrites au chapitre III, qui avaient pour but d'essayer de déstabiliser ou de modifier la caléfaction par la présence d'une éprouvette provoquant un apport de vapeur supplémentaire.

Cette étude montre qu'on ne peut accroître le transfert de chaleur par caléfaction en modifiant la forme de l'écoulement de la vapeur. Le flux de chaleur transmis ne pourra être augmenté qu'en éliminant radicalement la caléfaction, soit par une voie thermique, à l'aide d'une résistance, soit par une voie mécanique, au moyen de l'agitation violente du bain ou de l'éprouvette.

CONCLUSIONS

Nous avons mis au point deux techniques d'étude des processus de vaporisation de l'eau au contact d'une paroi chaude qui nous ont permis de progresser dans leur analyse. L'observation par cinématographie ultrarapide de la prise de contact entre une éprouvette métallique, portée à haute température, et l'eau bouillante, nous a permis d'élucider le mécanisme de vaporisation du liquide à l'instant initial de la trempe. C'est en effet à l'instant précis de l'établissement du contact entre le métal que l'on trempe et le liquide qu'est déterminé l'ensemble du processus de refroidissement, en particulier la formation ou l'absence d'un film de caléfaction.

Nous avons montré que, dans la grande majorité des cas, le flux de chaleur échangé par rayonnement entre le métal et le liquide est suffisant pour former et pour entretenir un film de vapeur. Or, tous les métaux couverts d'une pellicule d'oxyde ont un pouvoir émissif suffisant pour empêcher tout contact direct avec le liquide. Seul, l'argent poli présente, à basse température, un pouvoir émissif trop faible pour permettre d'éviter ce contact : trempée dans l'eau bouillante, une éprouvette d'argent entre en contact direct avec le liquide avant que le flux de chaleur échangé entre le métal et le liquide ne forme, en 0,02 s environ, un film de caléfaction.

Nous avons également expliqué la stabilité bien connue de la couche de caléfaction en montrant l'absence d'un point d'inflexion dans les courbes représentant le profil de vitesse dans la couche de vapeur. L'étude de l'influence, sur la stabilité du film, de perturbations de l'interface vapeur - liquide a montré que des effets extérieurs, tels que ceux qu'introduit la proximité d'un mode différent de vaporisation, n'éliminent pas la caléfaction qui conserve toute son influence sur le transfert de la chaleur.

Si les moyens habituels sont insuffisants pour détruire la couche de caléfaction, il n'en va pas de même pour les moyens thermiques. Nous avons en effet mis en évidence un mode de vaporisation qui n'avait pas été identifié jusqu'ici, l'ébullition larvée. D'abord observé dans le cas des solutions aqueuses de sels non décomposables aux températures atteintes lors de nos expériences, ce mode de vaporisation apparaît chaque fois qu'une résistance thermique vient s'interposer entre l'éprouvette et le liquide. Il est alors possible, grâce à l'élimination du film de caléfaction, d'augmenter considérablement le transfert de chaleur.

Nous avons étudié le mécanisme de vaporisation du liquide par ébullition larvée et montré l'existence de brefs mouillages de la paroi chaude par le liquide. De cette étude, il résulte que deux conditions doivent être remplies pour qu'apparaisse l'ébullition larvée : une condition de résistance thermique et une condition d'effusivité superficielle.

Notre travail nous a permis de fournir des interprétations d'un certain nombre de phénomènes qui jouent un très grand rôle

aussi bien en thermique des échanges diphasiques qu'en métallurgie.

L'ensemble des travaux poursuivis au laboratoire permet de contrôler les processus de vaporisation qui apparaissent lors de l'immersion d'une pièce dans le liquide. Nous envisageons maintenant d'aborder l'étude du refroidissement obtenu par pulvérisation ou par aspersion, qui présentent l'avantage d'être facilement réglables, donc de permettre le contrôle continu du refroidissement.

BIBLIOGRAPHIE

- (01) - BIGOT (R.). - Thèses, Nancy, 1964.
- (02) - BECK (G.). - Thèses, Nancy, 1968.
- (03) - BECK (G.) et CHEVRIER (J.C.). - Int. J. Heat Mass Transfer, 14, 1971, 1731.
- (04) - MOREAUX (F.) et BECK (G.). - C. R. Ac. Sc., 268 C, 1969, 1207.
- (05) - CHEVRIER (J.C.), MOREAUX (F.) et BECK (G.). - Int. J. Heat Mass Transfer, 15, 1972, 1631.
- (06) - MUNSCH (G.). - Thèse de Spécialité, Nancy, 1972.
- (07) - BECK (G.) et FAIVRE (R.). - C. R. Ac. Sc., 271 C, 1970, 1541.
- (08) - FRENCH (H.J.) et KLOPSCH (O.Z.). - Trans. ASS T 9, 1926, 857.
- (09) - MOREAUX (F.). - Thèse de Spécialité, Nancy, 1969.
- (10) - BECK (G.) et BIGOT (R.). - C. R. Ac. Sc., 256, 1963, 619.
- (11) - CHEVRIER (J.C.). - Thèse, Nancy, 1973.
- (12) - MARKELS (M.) et DURFEE (R.L.). - A. I. ch. E. Journal, 1964, 106.
- (13) - NUKIYAMA (S.). - J. Soc. Mech. Engineers, 37, 1934, 367, Japan.
- (14) - BECK (G.). - C. R. Ac. Sc., 265 B, 1967, 793.
- (15) - LUIKOV (A.V.). - Analytical heat diffusion theory, Academic Press, 1968.
- (16) - MOREAUX (F.) et BECK (G.). - C. R. Ac. Sc., 266 C, 1968, 74.

- (17) - MOREAUX (F.) et BECK (G.). - C. R. Ac. Sc., 270 C, 1970, 523.
- (18) - GIBERT (R.). - Communication privée.
- (19) - ZAVARINE (I.N.). - Metal Progress, 27, 4, 1935, 43.
- (20) - BECK (G.). - C. R. Ac. Sc., 265 C, 1967, 1227.
- (21) - MOREAUX (F.) et BECK (G.). - C. R. Ac. Sc., 274 C, 1972, 1788.
- (22) - BRADFIELD (W.S.). - I et Ec Fundamentals, 5, n° 2, 1966, 200.
- (23) - BECK (G.). - C. R. Ac. Sc., 265 B, 1967, 713.
- (24) - MUNSCH (G.). - D. E. A., Nancy, 1970.
- (25) - VIGNERON (B.). - D. E. S., Nancy, 1964.
- (26) - BROMLEY (L.A.). - Chem. Eng. Progr., 46, 1950, 221.
- (27) - BRADFIELD (W.S.). - Proceedings of Symposium on Two-Phase Flow - University of Exeter, Vol. II, 1965, A. 301.
- (28) - GEORGE (B.). - C. R. Ac. Sc., 252, 1961, 1916.
- (29) - HSU (Y.Y.) et WESTWATER (J.W.). - Chem. Eng. Progr. Symp., Ser 30, 56, 1960, 15.
- (30) - LEVICH (V.G.). - Physicochemical hydrodynamics, Prentice-Hall, Inc., 1962.
- (31) - ZUBER (N.). - Transactions of the ASME, 1958, 711.
- (32) - BERENSON (P.J.). - J. of Heat Transfer, 83 C, 1961, 351.
- (33) - HOSLER (E.R.) et WESTWATER (J.W.). - A R S, 32, 1962, 553.
- (34) - RUCKENSTEIN (E.). - Int. J. Heat Mass Transfer, 10, 1967, 911.
- (35) - TAYLOR (G.I.). - Proc. R. Soc., A 201, 1950, 192.
- (36) - NUSSELT (W.). - Z. Ver. deut. Ing., 60, 541, 1916, 569.
- (37) - GREITZER (E.M.) et ABERNATHY (F.H.). - Int. J. Heat Mass Transfer, 15, 1972, 475.

- (38) - KOH (J.C.Y.). - J. of Heat Transfer, 84, 1962, 55.
- (39) - SCHLICHTING (H.). - Boundary layer Theory, Mc Graw Hill, 1960.
- (40) - CHEVRIER (J.C.) et BECK (G.). - Mem. Sc. Rev. Mét. LXVIII, n° 6, 1971, 391.
- (41) - VAN STRALEN (S.J.D.). - Int. J. Heat Mass Transfer, 11, 1968, 1467.

TABLE DES MATIERES

	Pages
<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>PRINCIPALES NOTATIONS</u>	5
 CHAPITRE I -	
<u>METHODES EXPERIMENTALES</u>	7
<u>I.1 - Dispositif de trempe</u>	10
<u>I.2 - Eprouvettes de trempe</u>	11
I.2.1 - Nature du métal	11
I.2.2 - Forme des éprouvettes	12
I.2.3 - Fixation de l'éprouvette	13
<u>I.3 - Nature et réalisation de dépôts sur les</u> <u>éprouvettes</u>	13
I.3.1 - Silicate de sodium	13
I.3.2 - Argent	14
I.3.3 - Zircône	14
I.3.4 - Dépôts à base d'anhydrite	15
<u>I.4 - Liquides de trempe</u>	16
I.4.1 - Eau pure	16
I.4.2 - Solutions aqueuses	16
<u>I.5 - Mesure des températures</u>	17
I.5.1 - Mesure de la température au centre de l'éprouvette.....	17
I.5.2 - Méthode différentielle de mesure des écarts de température.....	18
I.5.3 - Mesure de la température superficielle de l'éprouvette.....	19

I.5.4 - Enregistrement de la loi de refroidissement	21
<u>I.6 - Détermination de l'établissement du contact électrique</u>	22
I.6.1 - But de la méthode	22
I.6.2 - Description	23
I.6.3 - Enregistrement des phénomènes	24
I.6.4 - Mise en œuvre de la méthode	26
I.6.4.1 - Cas de l'instant initial de la trempe	26
I.6.4.2 - Cas du refroidissement d'une éprouvette enrobée d'un dé- pôt réfractaire	26
I.6.5 - Précision et limites de la méthode	28
<u>I.7 - Cinématographie ultrarapide</u>	28
I.7.1 - Caméra ultrarapide	29
I.7.2 - Montage expérimental	31
I.7.3 - Montage de la caméra avec un oscilloscope enregistreur des paramètres caractéris- tiques de la vaporisation	35
CHAPITRE II -	
<u>INSTANT INITIAL DE LA TREMPE DANS UN LIQUIDE VAPORISABLE</u>	37
<u>II.1 - Le contact brusque</u>	41
II.1.1 - Calcul de la température de contact brusque entre deux milieux semi-infinis ..	41
II.1.2 - Cas de la trempe dans un liquide vaporisable	43
<u>II.2 - Résultats expérimentaux</u>	45
II.2.1 - Eau pure	46
II.2.2 - Solutions aqueuses de NaOH, NaCl, LiCl .	50
II.2.3 - Influence de la nature des solutés sur les températures L_i et L_g	53
II.2.4 - Influence sur T_i et T_g de l'effusivité superficielle de l'éprouvette	54

<u>II.3 - Mécanismes de la prise de contact de</u> <u>l'éprouvette avec l'eau pure</u>	59
II.3.1 - Méthodes expérimentales.....	59
II.3.2 - Caléfaction	60
II.3.2.1 - Eprouvette en nickel	62
II.3.2.2 - Eprouvette en argent	63
II.3.2.3 - Interprétation et discussion des résultats	64
II.3.3 - Ebullition nucléée	69
<u>II.4 - Essai de définition du régime initial de</u> <u>la trempe</u>	71
CHAPITRE III -	
<u>LA CALEFACTION</u>	75
<u>III.1 - Description et caractéristiques de la</u> <u>caléfaction</u>	77
III.1.1 - Description de la caléfaction	78
III.1.2 - Influence de la nature du liquide de trempe	81
III.1.3 - Coefficient de transfert de chaleur pendant la caléfaction	84
<u>III.2 - Etude de l'interface vapeur - liquide</u>	86
III.2.1 - Stabilité de la gaine de caléfaction	87
III.2.2 - Détermination des paramètres caractéristiques de l'interface	90
III.2.3 - Nature des vagues de l'interface	92
<u>III.3 - Etude théorique de la caléfaction</u>	94
III.3.1 - Caléfaction sur une paroi horizontale ...	95
III.3.2 - Caléfaction sur une paroi verticale	96
III.3.2.1 - Modèle de Bromley.....	97
III.3.2.2 - Hypothèses de Hsu et Westwater	98
III.3.2.3 - Modèle de Greitzer et Abernathy	100
III.3.2.4 - Modèle de Koh	101
III.3.3 - Discussion et approfondissement du modèle de Koh	106

CHAPITRE IV -	
<u>MODE DE VAPORISATION AVEC MOUILLAGE</u>	
<u>PARTIEL DE LA SURFACE D'ECHANGE</u>	111
<u>IV.1 - Observation et conditions d'existence de</u>	
<u>l'ébullition larvée</u>	114
IV.1.1 - Cas de solutions salines	114
IV.1.2 - Dépôts isolants	119
<u>IV.2 - Etude de l'ébullition larvée</u>	121
IV.2.1 - Mécanisme proposé	121
IV.2.2 - Résultats expérimentaux	123
IV.2.3 - Influence de l'effusivité superficielle	
du dépôt.....	129
IV.2.3.1 - Cas de l'eau bouillante	129
IV.2.3.2 - Cas de l'azote liquide	132
IV.2.3.3 - Interprétation	132
IV.2.4 - Influence de l'épaisseur du dépôt.....	135
<u>IV.3 - Influence d'un soluté non volatil sur l'ébullition</u>	
<u>nucléée</u>	138
<u>IV.4 - Etude de l'interaction de deux modes de</u>	
<u>vaporisation différents</u>	141
IV.4.1 - Eprouvettes cylindriques	143
IV.4.2 - Eprouvettes sphériques	145
IV.4.3 - Détermination des flux de chaleur.....	148
IV.4.4 - Influence des instabilités de l'interface	
vapeur - liquide	152
<u>CONCLUSIONS</u>	159
<u>BIBLIOGRAPHIE</u>	161

NOM DE L'ETUDIANT : MOREAUX François

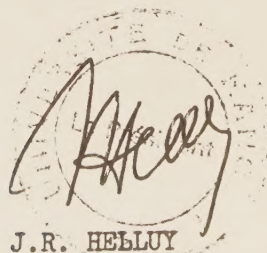
NATURE DE LA THESE : DOCTORAT ES SCIENCES PHYSIQUES

VU, APPROUVE

& PERMIS D'IMPRIMER

NANCY, le 10 Décembre 1973

LE PRESIDENT DE L'UNIVERSITE DE NANCY I



J.R. HELLUY

Section 10.1

10.1.1

The first part of the chapter discusses the importance of understanding the underlying structure of the data. This is particularly true in the case of time series data, where the temporal dependence between observations is a key feature. The second part of the chapter focuses on the estimation of the parameters of the model. This involves finding the values of the parameters that best fit the observed data. The third part of the chapter discusses the prediction of future observations. This is done by using the estimated parameters to calculate the expected values of the future observations. The fourth part of the chapter discusses the evaluation of the model. This involves comparing the predicted values with the observed values to see how well the model fits the data. The fifth part of the chapter discusses the application of the model to real-world data. This involves using the model to analyze the data and to make predictions about the future.

10.1.2

10.1.3



